



Universidade de Aveiro
2013

Departamento de Engenharia de Materiais e
Cerâmica

**Tiago Filipe
Ramires Marques**

**Pasta aluminosa para o fabrico de isoladores
cerâmicos**



**Tiago Filipe
Ramires Marques**

**Pasta aluminosa para o fabrico de isoladores
cerâmicos**

Relatório de estágio apresentado à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia de Materiais (2º ciclo de Bolonha), realizado sob a orientação científica do Prof. Doutor Pedro Manuel Lima de Quintanilha Mantas, Professor Auxiliar do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro e supervisão de estágio do Engenheiro Vítor Manuel Carvalho Sampaio, Administrador da Cerisol, Isoladores Cerâmicos S.A.

Aos meus pais, pelo exemplo e dedicação.

O júri

Presidente

Professor Doutor Joaquim Manuel Vieira
Professor Catedrático da Universidade de Aveiro

Professor Doutor Pedro Manuel Lima de Quintanilha Mantas (Orientador)
Professor Auxiliar da Universidade da Aveiro

Professor Doutor Victor Miguel Carneiro de Sousa Ferreira
Professor Associado da Universidade de Aveiro

agradecimentos

Um primeiro e especial agradecimento ao meu orientador Prof. Doutor Pedro Mantas, pela amizade, disponibilidade e dedicação ao ensino.

À Universidade de Aveiro e ao Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica pela disponibilidade dos seus recursos humanos e materiais.

À empresa Cerisol, S.A, na pessoa do Eng.º Vítor Sampaio, pela oportunidade para a realização do estágio e pela disponibilização e apoio em todo o equipamento e material necessário.

À Eng.ª Ana Rodas Pinto, ao Eng.º Pedro Mendes e à D.ª Graça Cunha pertencentes ao laboratório cerâmico da Cerisol, por todo o apoio e disponibilidade, pela passagem de conhecimentos e pelos bons momentos de amizade.

Ao Eng.º Romão Silva, Director de produção da Cerisol e a toda a equipa de encarregados pela passagem de conhecimentos, pela disponibilidade constante e por todo o apoio na área produtiva.

Às restantes pessoas que conheci na Cerisol que de alguma forma contribuíram para a minha experiência, crescimento e desenvolvimento pessoal.

À minha família, aos meus amigos e à minha namorada, pelo carinho, paciência e apoio.

Um sincero muito obrigado a todos.

palavras-chave

Isoladores cerâmicos; Porcelana aluminosa; Porcelana de bauxite.

resumo

Este relatório espelha o trabalho desenvolvido ao longo de um estágio na empresa Cerisol que produz isoladores em porcelana para alta tensão. A intenção principal do estágio era desenvolver uma pasta cerâmica aluminosa para o fabrico de isoladores, do tipo C130, designação dada segundo a norma ICE 60672-3 a porcelanas com elevado conteúdo em alumina.

Preparou-se uma pasta usando bauxite calcinada como fonte de coríndon. Esta pasta, denominada de PB1 (pasta de bauxite 1), apresentou uma baixa resistência mecânica em verde (2,3 MPa), inferior ao mínimo necessário que é de 4,5 MPa. Deste modo, foi necessário fazer-se outra pasta com maior resistência mecânica em verde. Baseada na resistência mecânica em verde das matérias-primas plásticas (caulino e argilas), preparou-se uma nova composição diminuindo a quantidade de bauxite e aumentando a quantidade total de plásticos. Esta nova pasta, denominada de PB2, tinha uma composição em óxidos próxima da anterior, pelo que não se esperariam diferenças acentuadas nas suas características após cozedura. A pasta PB2 apresentou uma resistência mecânica em verde de 5 MPa, já acima do mínimo necessário. Durante o estudo feito às matérias-primas plásticas, verificou-se que o índice de Pfefferkorn não era coerente com a plasticidade de cada uma delas (plasticidade definida de forma empírica, relacionando-a com a resistência mecânica em verde), mas unicamente um índice da percentagem de humidade que deve ser utilizada para a extrusão.

As pastas foram cozidas a 1225 °C (temperatura escolhida com base nas dilatométricas das duas pastas) e apresentaram absorção de água nula. A pasta PB2 apresentou uma resistência mecânica em cozido, 160 MPa, menor do que a da pasta PB1, 185 MPa, estando ainda dentro do valor mínimo indicado pela norma ICE 60672-3, que é de 140 MPa. As fases cristalinas encontradas após a cozedura, coríndon, mulite, quartzo e anortite, estavam presentes em ambas as pastas praticamente nas mesmas proporções. A análise das microestruturas obtidas por SEM (com EDS acoplado) permitiu estimar-se a quantidade de coríndon, ca. 27 % em volume. Com o auxílio da densidade das pastas cozidas, este valor corresponde a ca. de 37 % em peso de coríndon nas microestruturas, valor de acordo com o esperado. Por defeito, a quantidade de fase vítrea presente em ambas as pastas foi de 20 %, bastante abaixo do esperado. Admitindo-se que a fase vítrea está presente em quantidades maiores do que as calculadas, a presente na amostra PB1 deverá ter uma densidade, 1,9, superior à da amostra PB2, 1,6, possivelmente por ter dissolvido maiores quantidades de alumina. Uma fase vítrea com maior conteúdo em alumina poderia justificar a maior resistência mecânica da pasta PB1, já que as fases cristalinas se encontram presentes nas mesmas quantidades relativas.

Durante o estágio foram ainda realizados outros trabalhos, nomeadamente a inventariação dos ensaios realizados no laboratório cerâmico e o acompanhamento de ensaios industriais no processo produtivo. A realização destas actividades permitiu o enquadramento do trabalho desenvolvido no laboratório e a compreensão do processo produtivo de isoladores cerâmicos na empresa. Neste âmbito, foi sugerida a implementação de uma caixa de sugestões, não se tendo ainda resultados quem mostrem a sua utilidade para a melhoria do processo produtivo.

keywords

Ceramic insulators; high alumina porcelain; bauxite porcelain.

abstract

This report reflects the work carried out over an internship in the company Cerisol that produces high voltage insulators. The main intention was to develop aluminous ceramic porcelains for manufacturing insulators, the C130 type porcelain, following the designation given by the IEC 60672-3 standard to porcelains with a high content of alumina.

It was prepared a composition using calcined bauxite as a source of corundum. This composition, referred to as PB1 (porcelain of bauxite 1) showed a low green mechanical strength (2.3 MPa), which is less than the minimum required, 4.5 MPa. Therefore, it was necessary to do another composition with a higher green strength. Based on the green strength of the plastic raw materials (kaolin and clays), a new composition was prepared lowering the amount of bauxite and increasing the total amount of plastic raw materials. This new composition, named PB2, had an oxide composition close to the previous one, and therefore it was not expected marked differences in their characteristics after firing. PB2 showed a green strength of 5 MPa, already above the minimum required. During the study of the plastic raw materials, it was found that the Pfefferkorn index was not consistent with the plasticity of each raw material (plasticity defined empirically, relating it to the green strength), but only an indication of the percentage of moisture which must be used for extrusion.

The ceramic porcelains were fired at 1225 °C (temperature selected based on the analysis of the dilatometry) and showed zero water absorption. PB2 composition had a fired mechanical strength, 160 MPa, lower than PB1, 185 MPa, still being above the minimum value indicated by ICE 60672-3 standard, which is 140 MPa. The crystalline phases found after firing, corundum, mullite, quartz and anorthite, were present in both compositions virtually in the same proportions. The analyses of the microstructures obtained by SEM (coupled with EDS) allowed estimating the amount of corundum, ca. 27% by volume. With the aid of the density of the fired compositions, this corresponds to ca. 37% by weight of corundum in the microstructures, in accordance with the value expected. By default, the amount of glassy phase present in both compositions was 20%, much lower than expected. Assuming that the glassy phase is present in amounts greater than the calculated ones, the one present in sample PB1 should have a density of 1.9, higher than in sample PB2, 1.6, possibly due to higher amounts of dissolved alumina. A glassy phase with higher alumina content could explain the higher mechanical strength of porcelain PB1, since the crystalline phases are present in the same relative amounts.

During the stage, other works were also carried out, including the inventory of tests performed in the ceramic industrial laboratory and tests monitoring of the production process. These activities enabled to be inserted into the work developed in the laboratory and to better understand the production process of ceramic insulators in the company. In this context, it was suggested the implementation of suggestion boxes, which results are not yet available.

Índice geral

<i>Índice geral</i>	<i>I</i>
<i>Índice de figuras</i>	<i>III</i>
<i>Índice de tabelas</i>	<i>V</i>
1. INTRODUÇÃO	1
1.1. ENQUADRAMENTO E OBJETIVOS	3
1.2. APRESENTAÇÃO DA EMPRESA CERISOL	3
1.3. PRODUÇÃO E TRANSMISSÃO DE ENERGIA	5
1.4. ISOLADORES ELÉTRICOS DE ALTA TENSÃO	6
1.5. FENÓMENOS DE RUTURA DIELÉTRICA	9
1.6. PORCELANAS TRIAXIAIS	10
1.7. COMPOSIÇÕES CERÂMICAS	11
1.8. PORCELANA DE BAUXITE	14
2. ATIVIDADES DO ESTÁGIO	17
2.1 PRODUÇÃO DE ISOLADORES CERÂMICOS NA CERISOL	19
2.2 INVENTÁRIO DE ENSAIOS REALIZADOS NO LABORATÓRIO CERÂMICO	24
2.3 ENSAIOS INDUSTRIAIS EM CURSO E ENVOLVIMENTO NA PRODUÇÃO	26
3. PASTA CERÂMICA ALUMINOSA: MATERIAIS E MÉTODOS	29
3.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS E PASTAS	31
3.2 PROCESSAMENTO DE PASTAS	34
4. PASTA CERÂMICA ALUMINOSA: RESULTADOS E DISCUSSÃO	37
4.1 ANÁLISE ÀS MATÉRIAS-PRIMAS	39
4.2 PASTAS PROCESSADAS E SUAS PROPRIEDADES	44
5. CONCLUSÃO	57
<i>Referências bibliográficas</i>	<i>61</i>

Índice de figuras

Figura 1 – Secção de vidragem de porcelanas da Electrocerâmica. ^[1]	4
Figura 2 – Vista geral da fábrica da Cerisol, na sua localização atual.	5
Figura 3 – Esquema do processo de transmissão e distribuição de energia elétrica. ^[1]	6
Figura 4 – Isoladores utilizados em linhas aéreas no suporte de catenárias, à esquerda, e suporte de cabos de alta tensão, à direita.	7
Figura 5 – Central elétrica com isoladores de suporte instalados, à esquerda e isoladores ociosos para incorporação de disjuntores, à direita.....	8
Figura 6 – Variação ao longo do tempo da carga mecânica de rutura em isoladores de porcelana siliciosa. ^[3]	13
Figura 7 – Esquema do processo produtivo de isoladores na Cerisol.	20
Figura 8 – Imagens das etapas de: extrusão (a), torneamento (b) e cozedura (c). Fotografias tiradas na Cerisol	21
Figura 9 – Plasticímetro de Pfefferkorn e provete de pasta para o ensaio (fotografia tirada no laboratório da Cerisol).....	32
Figura 10 – Aparato utilizado para a determinação da piroplasticidade (fotografia tirada no laboratório da Cerisol).....	33
Figura 11 – Esquema do procedimento experimental utilizado para o processamento de pastas. O feldspato, sienite nefelínica e talco não foram moídos por terem sido adquiridos com a granulometria desejada.....	34
Figura 12 – Curvas de Pfefferkorn relativas às matérias-primas argilosas.	42
Figura 13 – Fotografia evidenciando o aspeto das argilas A, B e C, utilizadas neste trabalho. (fotografia tirada na Cerisol).	43
Figura 14 – Gráfico da evolução do diâmetro médio de partículas em função do tempo de moagem da bauxite calcinada.	43
Figura 15 – Análise térmica dilatométrica de provetes das pastas PB1 e PB2.	48

Figura 16 – Variação da resistência mecânica à flexão (RMF), da densidade e da percentagem de absorção de água (%A.A) em função da temperatura de cozedura de provetes da pasta PB1.....	48
Figura 17 – Variação da resistência mecânica à flexão (RMF), da densidade e da percentagem de absorção de água (%AA) em função da temperatura de cozedura de provetes da pasta PB2.....	49
Figura 18 – Difratoograma das fases mineralógicas detetadas na pasta PB1.....	52
Figura 19 – Difratoograma das fases mineralógicas detetadas na pasta PB2.....	52
Figura 20 – Análise química por EDS da pasta PB1, com identificação do elemento Ca.	53
Figura 21 – Análise EDS da pasta PB1 com identificação dos elementos Al e Si.....	54
Figura 22 – Análise EDS da pasta PB2 com identificação dos elementos Al e Si.....	54

Índice de tabelas

Tabela 1 – Especificações técnicas de porcelanas elétricas segundo norma IEC 60672-3 1997 (excerto).	12
Tabela 2 – Propriedades mecânicas de monocristais de quartzo, mulite e coríndon (alumina). ^[3] ..	14
Tabela 4 – Composição química das matérias-primas usadas no desenvolvimento deste trabalho.	40
Tabela 5 – Qualificação e quantificação obtidas por difração de DRX das fases cristalinas das matérias-primas.	40
Tabela 6 – Principais características físicas das matérias-primas argilosas.	41
Tabela 7 – Valores típicos das principais propriedades de uma pasta em produção na Cerisol.....	44
Tabela 8 – Composição em termos de matérias-primas das pastas PB1 e PB2 (% ponderal).	45
Tabela 9 – Principais propriedades em verde das pastas PB1 e PB2.	46
Tabela 10 – Composição ponderal em termos de óxidos das pastas PB1 e PB2.	46
Tabela 11 – Tabela resumo dos principais resultados obtidos com as pastas PB1 e PB2 após cozedura a 1225.°C.....	50
Tabela 12 – Quantificação (obtida pelos difratogramas) das fases cristalinas presentes nas pastas PB1 e PB2 cozidas a 1225 °C (% ponderais).	53
Tabela 13 – Quantificação aproximada das fases coríndon e quartzo obtida com base na Figura 20 e na Figura 21 (análises EDS). Os valores estão em percentagens volumétricas.	55
Tabela 14 – Percentagem ponderal aproximada das fases presentes nas pastas PB1e PB2.	55
Tabela 15 – Valores de densidade das fases coríndon, mulite, anortite e quartzo, usados para os cálculos da densidade da pasta PB1 e PB2. Os valores foram retirados das fichas correspondentes a cada uma das fases.	56

1. Introdução

1.1. Enquadramento e objetivos

O conteúdo deste relatório espelha o trabalho desenvolvido sob a forma de estágio curricular na empresa Cerisol, Isoladores Cerâmicos S.A. Durante o estágio, teve-se como objetivo principal desenvolver uma pasta cerâmica aluminosa, do tipo C130, adiante explicada, satisfazendo os requisitos da norma ICE 60672-3 1997 e das condições do processo produtivo da empresa. Como objectivos paralelos, pretendia-se enquadrar o estagiário no meio industrial através da realização de atividades de apoio ao laboratório cerâmico e ao processo produtivo da empresa. Pretendia-se concretamente proceder à inventariação de todos os ensaios realizados no laboratório cerâmico, bem como ao manuseio de equipamentos e desenvolvimento de competências práticas na realização dos ensaios. O trabalho de laboratório foi complementado com o acompanhamento de todos os ensaios industriais em curso, registando-se todas as informações relevantes para a compreensão de resultados e para a resolução e melhoria do processo produtivo.

Este relatório está assim dividido em três partes principais: primeiramente será feita a apresentação da empresa bem como uma introdução ao tema do estágio, os isoladores elétricos de alta tensão; na segunda parte serão apresentadas as actividades realizadas ao longo do estágio; na terceira parte são apresentados os resultados obtidos no desenvolvimento da pasta aluminosa. Um último capítulo, o das conclusões gerais do estágio, encerra este relatório.

1.2. Apresentação da empresa Cerisol

A história da Cerisol iniciou-se em 1912 com a empresa Electrocerâmica, localizada na freguesia do Candal, em Vila Nova de Gaia, Portugal. A Electrocerâmica dedicava-se à produção de porcelana para louça doméstica e para equipamentos elétricos de baixa e média tensão. Na Figura 1 vemos uma fotografia da época, da secção de vidragem da empresa. Em 1945, após a passagem por uma profunda crise económica causada pela II Grande Guerra, a Electrocerâmica foi comprada pelo Grupo Vista Alegre. Com a entrada no grupo, a produção de porcelana de mesa e decorativa passou a ser feita exclusivamente na Fábrica da Vista Alegre, em Ílhavo, no distrito de Aveiro. Por outro lado, na Electrocerâmica, além da produção de porcelanas elétricas para baixa tensão, começaram a ser produzidos também isoladores de porcelana para média e alta tensão. Em 1989 o

Grupo Vista Alegre dividiu a Electrocerâmica em várias empresas, sendo criada nesse ano a Cerisol, Isoladores Cerâmicos S.A., para a produção exclusiva de isoladores elétricos para média e alta tensão. A qualidade de produtos foi reconhecida em 1996 com a certificação da empresa pela norma ISO9001.^[1]

A Cerisol, pertence desde julho de 2004 a um grupo de investidores independentes que dirigiram a empresa para o mercado internacional, que representa agora mais de 90% das vendas da empresa. Com vista a aumentar a capacidade, eficiência e flexibilidade da produção, a empresa mudou-se em julho de 2011 para as novas instalações na freguesia de Serzedo, no concelho de Vila Nova de Gaia (Figura 2). Conta atualmente com 140 funcionários, que asseguram a produção de 4 000 toneladas de porcelana, com uma faturação anual de 10 milhões de euros.



Figura 1 – Secção de vidragem de porcelanas da Electrocerâmica.^[1]



Figura 2 – Vista geral da fábrica da Cerisol, na sua localização atual.

1.3. Produção e transmissão de energia

Nos dias de hoje a energia elétrica é considerada um bem essencial e indispensável para a qualidade de vida das pessoas. Isto é fruto da sociedade tecnológica em que nos tornámos, onde tanta coisa depende da eletricidade. O fornecimento de eletricidade é feito através de grandes centrais e redes elétricas, espalhadas por todos os países. Os sistemas de transmissão e distribuição fazem a ligação entre a fonte produtora de energia e o consumidor final, localizado nos centros populacionais. O transporte é feito por via aérea ou subterrânea, em sistemas de alta tensão trifásicos, do tipo ac, a uma frequência de 50 ou 60 Hz. ^[2]

A energia é gerada nas centrais de produção elétrica a uma tensão de 15 a 25 kV. Esta tensão não é apropriada para o transporte a longas distâncias devido à ocorrência de perdas. Por este motivo, a tensão é aumentada para 500 kV e só depois transferida por uma linha de alta tensão para as subestações de transmissão onde a tensão é reduzida para 230 kV e depois para 69 kV, consoante se aproxima dos grandes centros populacionais. Ao chegar às cidades, nas centrais de distribuição a tensão é reduzida para 12 kV e, depois, transformadores espalhados pela linha de distribuição reduzem a tensão para 230/110 V e assim fornecem energia elétrica às habitações, aos centros comerciais e a outras infraestruturas. As zonas industriais e unidades fabris, devido aos elevados consumos de energia, são abastecidas diretamente pelas linhas de transmissão ou por linhas de distribuição dedicadas. A Figura 3 mostra o esquema do processo descrito. ^[2]

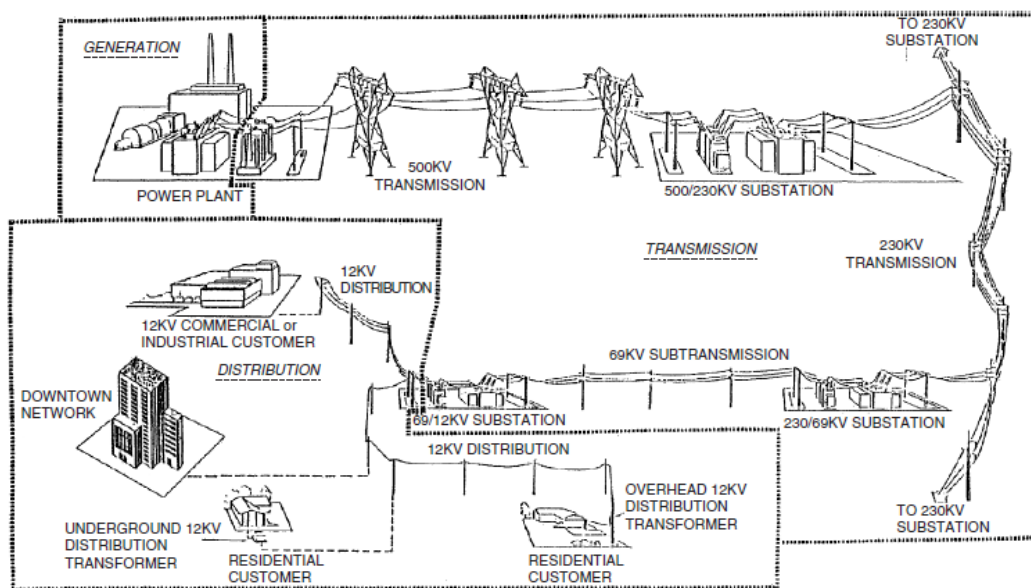


Figura 3 – Esquema do processo de transmissão e distribuição de energia elétrica. ^[1]

Os isoladores elétricos de alta tensão são um componente chave nas centrais elétricas e linhas de transmissão. A sua função primeira é garantir a separação física entre os meios condutores, garantindo a prevenção e regulação de fluxos de corrente entre eles. Como função secundária, os isoladores têm de garantir uma boa fixação mecânica e resistir às diferentes forças externas que lhe são impostas. ^[3] É importante salientar que a falha em serviço de um isolador pode causar estragos permanentes de equipamentos, assim como longos períodos de apagão ou falta de energia, não esquecendo também as perdas financeiras e as elevadas indemnizações que podem estar associadas a essa falha. ^[2]

1.4. Isoladores elétricos de alta tensão

O tipo de solicitação mecânica e elétrica dos isoladores é variável, existindo por isso uma variedade grande de produtos com funções diferentes e com um desenho específico que garanta o seu desempenho e aplicação. O desenho dos isoladores é influenciado pela aplicação a que se destina, pelo nível de tensão em serviço, pelo esforço mecânico a que está sujeito e pelas condições climáticas presentes no local de instalação.

As condições climáticas no local de instalação são importantes para o estabelecimento da linha de fuga do isolador, que é definida como a distância que a corrente elétrica tem de percorrer pela

superfície do isolador no caso de haver descarga de corrente entre as suas extremidades. A linha de fuga aumenta consoante aumentam os níveis de poluição, de precipitação, de salinidade e de altitude do local de instalação uma vez que estes fatores promovem a condutividade elétrica na superfície do isolador. Quanto maior o número, tamanho, ângulo e distância entre as abas do isolador maior será a linha de fuga do mesmo ^[3] (informações detalhadas podem ser consultadas na norma IEC 60815).

Existem fundamentalmente dois tipos de isoladores: os de núcleo maciço e os ocos. Os isoladores de núcleo maciço têm fundamentalmente uma função de suporte. Podem ser utilizados tanto em linhas aéreas (no suporte de cabos elétricos), como nas centrais elétricas (no suporte de barramentos e outros equipamentos elétricos). Por outro lado, os isoladores ocos são usados para a incorporação de disjuntores e transformadores no seu interior.

Os isoladores maciços utilizados em linhas aéreas (isoladores de linha) são sujeitos a solicitações mecânicas de tração e flexão, além de estarem mais suscetíveis a fatores ambientais como o vento, a chuva e, dependendo da região, da acumulação de gelo. Exemplos de isoladores para esta aplicação são os isoladores tipo pino, utilizados nos postes de alta tensão para o suporte de cabos elétricos e os isoladores de suporte de catenárias, utilizados nas linhas elétricas do transporte ferroviário. Na Figura 4 podemos ver os dois tipos de isoladores descritos. ^[3]

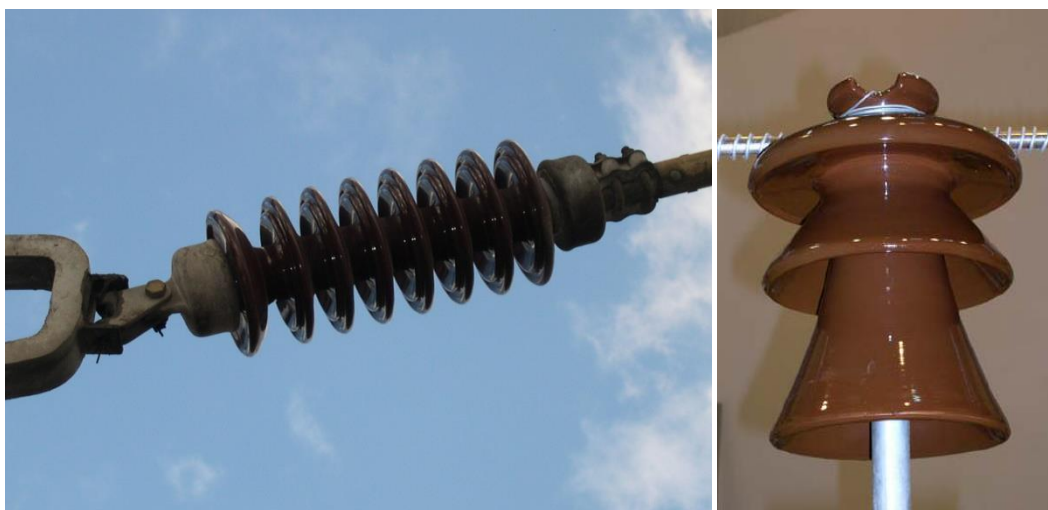


Figura 4 – Isoladores utilizados em linhas aéreas no suporte de catenárias, à esquerda, e suporte de cabos de alta tensão, à direita.

Os isoladores maciços de suporte, utilizados nas centrais elétricas, são denominados de isoladores de coluna (Figura 5). Este tipo de isoladores suporta tensões elétricas muito elevadas e têm elevada resistência mecânica à flexão, uma vez que têm de aguentar a estrutura elétrica em caso de curto-circuito. As colunas podem ser constituídas só por um isolador ou pela ligação de vários. O encaixe entre os isoladores que constituem as colunas é feito com ferragens de ferro fundido cimentadas nas extremidades dos isoladores que são depois aparafusadas entre elas.^[3]

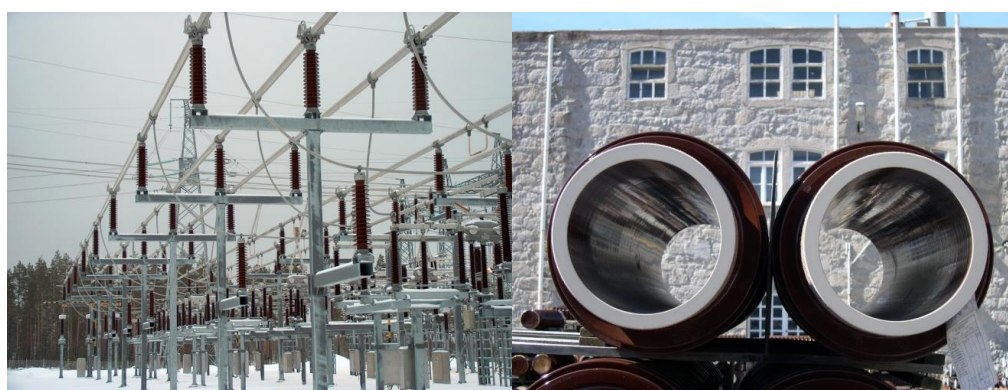


Figura 5 – Central elétrica com isoladores de suporte instalados, à esquerda e isoladores ocossos para incorporação de disjuntores, à direita.

A montagem de equipamentos elétricos, como por exemplo disjuntores e transformadores, é feita em isoladores ocossos (Figura 5). Estes isoladores estão sujeitos a solicitações mecânicas de flexão e de pressão interna, provocada pelo gás ou líquido isolante (como óleo) que são inseridos sob pressão no seu interior. Tal como os isoladores de suporte, podem também ser constituídos pela junção de vários isoladores, sendo a sua união feita através de ferragens ou por colagem com colas epoxídicas.

Os últimos dois tipos de isoladores descritos (de coluna e ocossos) podem ter dimensões de até cerca de 4 m de comprimento e até 50 cm de diâmetro, sendo por isso perceptível a logística envolvida no manuseio de peças com estas dimensões, tanto durante o processamento, como no transporte e montagem das mesmas.

1.5. Fenómenos de rutura dielétrica

A rigidez dielétrica é o valor limite de tensão elétrica que pode ser aplicado num material sem que ocorra a sua rutura e pode ser descrita de acordo com a equação (1), em que RD é a rigidez dielétrica (em V/m), Vb a tensão máxima (v) e d a espessura da amostra (m):

$$RD = \frac{Vb}{d} \quad (1)$$

A rutura dielétrica pode ocorrer sob a ação de vários mecanismos, que podem ser de origem eletrónica, térmica, por ionização e eletroquímica. Quando são aplicados campos elétricos elevados, os eletrões do material condutor difundem-se para o isolador. Consequentemente, ocorre um aumento de energia no sistema e os eletrões da banda de valência saltam para a banda de condução. O campo elétrico acelera-os e um fluxo intenso de eletrões flui pelo dielétrico, abrindo canais e fazendo com que microfissuras se propaguem e o levem à rutura. A rutura dos isoladores por este mecanismo, chamado de rutura eletrónica, não é muito frequente, devido à necessidade de campos elétricos muito elevados, da ordem de 10^6 - 10^7 V/cm. Este mecanismo é, no entanto, o ponto de partida para a ocorrência de outros modos de falha, como a rutura por efeitos térmicos e por ionização. ^[4]

A rutura por efeito térmico é o modo de falha mais comum que leva os isoladores cerâmicos à rutura. Acontece devido a perdas elétricas que provocam o aquecimento rápido de zonas localizadas do isolador. Como a taxa de aquecimento é maior que a taxa de dissipação de calor, geram-se gradientes térmicos e variações dimensionais localizadas que levam ao aparecimento de microfissuras à volta do ponto quente, que se propagam e levam o isolador à rutura. ^[4]

Combinado com o fenómeno de rutura térmica, a ionização de gases que se encontram retidos nos poros da microestrutura são também uma causa de falha comum. O mecanismo é idêntico ao mecanismo de rutura térmica, com a agravante de os gases se ionizarem e ocorrer condução elétrica localizada, levando também ao aparecimento de gradientes térmicos e tensões internas localizadas. Os dois mecanismos são muito idênticos, podendo até a rutura ser causada pela ação dos dois, sendo neste caso denominada de termo-ionização. ^[4]

Fenómenos eletroquímicos podem também diminuir a rigidez dielétrica dos isoladores. Ao estarem sob efeito de campos elétricos por longos períodos, juntamente com temperaturas elevadas (entre 50 e 200 °C) ocorre a migração de iões como Na^+ , Ag^+ , OH^- , levando ao aparecimento localizado de pequenos elétrodos. Estas diferenças de carga iónica levam a fenómenos de corrosão localizada que fragilizam o isolador. Apesar da rutura do isolador não ser causada diretamente por isto, leva

ao aparecimento de campos elétricos locais que facilitam a rutura pelos mecanismos térmicos atrás mencionados ^[4]

Como vimos, os fatores que levam ao desenvolvimento dos mecanismos de rutura têm origem variada, podendo ser causados por características de composição (intrínsecas), de microestrutura (processamento) e parâmetros de aplicação (projeto). Os efeitos composicionais são relativos às propriedades dielétricas e térmicas dos materiais usados, à quantidade de fase vítrea e cristalina, assim como à quantidade de iões móveis presentes na estrutura. Características microestruturais como porosidade, microfissuras, tamanhos de grão elevados e má dispersão de segundas fases devem ser evitadas a fim de minimizar estes defeitos. Por fim, os parâmetros relacionados com a aplicação, como a tensão, a frequência, a humidade e a temperatura do meio ambiente, a forma e a dimensão do isolador devem ser especificadas no projeto de forma a garantir as propriedades finais desejadas. ^[4]

1.6. Porcelanas triaxiais

Porcelanas são cerâmicos policristalinos que contêm, normalmente, mais de 10 % em volume de uma segunda fase vítrea. São fabricados de acordo com uma composição triaxial de matérias-primas, i.e., plastificantes, fundentes e refratários. Uma composição típica é constituída por 40 – 60 % de plastificantes, 20 – 30 % de fundentes e 20 – 30 % de refratários (% ponderais). ^[4]

As matérias-primas plastificantes são constituídas por argilas e caulinos. As argilas, devido à sua elevada área superficial e estrutura lamelar, fornecem plasticidade à pasta, permitindo a sua conformação, além de garantirem resistência mecânica em verde. O caulino tem menor contribuição plástica para a pasta. A sua função principal é a de aumentar a quantidade do mineral caulinite ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) na composição, que existe também, mas em menor quantidade, nas argilas (se estas forem cauliníticas). A caulinite é importante para o desempenho mecânico da pasta pois durante a sinterização vai-se decompor em metacaulinite ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) e transformando-se depois em mulite primária ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), que surge sob a forma de aglomerados de pequenos cristais ($< 0,5 \mu\text{m}$). A mulite primária tem uma boa contribuição para o aumento da resistência mecânica da porcelana. A denominação de primária deve-se a ser a primeira forma de mulite a surgir, a cerca de 1075°C . ^[5]

Os fundentes promovem a sinterização via fase líquida permitindo assim uma maior densificação das porcelanas. ^[4] Os fundentes são usados sob a forma de feldspatos sódicos ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$) e potássicos ($\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$). O feldspato potássico é o mais utilizado devido a gerar uma fase líquida mais viscosa, que evita a deformação pirolástica excessiva. Na região do líquido

feldspático forma-se, por nucleação e crescimento de cristais, outro tipo de mulite, a mulite secundária, que se apresenta sob a forma de cristais alongados ($> 1 \mu\text{m}$). A maior dimensão dos cristais de mulite secundária em relação à primária deve-se à maior quantidade de íons de fluxo (alcalinos) na região vítrea, que promovem o crescimento dos cristais. ^[5]

Os componentes refratários presentes na composição da porcelana podem ser introduzidos sob a forma de quartzo ou de alumina. Por serem uma fração mais grosseira das partículas que compõem a porcelana, têm uma função estrutural, evitando a retração excessiva durante a secagem e a cozedura e a consequente ocorrência de fissuras. A reatividade e a dissolução destas matérias-primas na fase vítrea são muito baixas e, daí, a denominação corrente de inertes. Durante o arrefecimento (573°C) o quartzo livre presente na microestrutura apresenta uma transição de fase (de quartzo β a α) com diminuição de 2 % de volume, produzindo microfissuras e deteriorando a resistência mecânica da porcelana. Nas porcelanas aluminosas é frequente o aparecimento de outro tipo de mulite. Esta mulite, designada por mulite terciária aparece ao redor dos grãos de alumina e resulta de alguma dissolução no líquido feldspático. ^[5, 6]

1.7. Composições cerâmicas

Antes da utilização, os isoladores cerâmicos para alta tensão têm de obedecer às normas internacionais de qualidade, nomeadamente as normas IEC 60383-1 e IEC 60168, consoante aplicação e modelo. Para a aprovação da norma são vários os ensaios realizados aos isoladores, como os ensaios mecânicos à flexão, de falha eletromecânica, de rutura dielétrica e de simulação de utilização em zonas com fortes níveis de poluição, entre outros. As normas de aprovação estão definidas para vários tipos de isoladores, diferentes na sua composição e consequentemente com propriedades mecânicas e elétricas distintas. ^[7]

Atualmente, os isoladores elétricos para alta tensão são fabricados com vários tipos de porcelanas. Estas são denominadas, segundo a norma IEC-60673-3, por porcelanas do tipo C110, C120 e C130. As principais diferenças entre si são a composição e as propriedades mecânicas e elétricas de cada uma delas, conforme se pode verificar na Tabela 1. A porcelana C110 é denominada de porcelana siliciosa, a porcelana C120 de porcelana aluminosa e a porcelana C130 de porcelana aluminosa de alta resistência mecânica.

A porcelana C110, do tipo siliciosa, tem esta denominação devido à presença de quartzo na sua composição. Este tipo de porcelana é formulado segundo uma composição tradicional de aproximadamente 42 % de argilosos, 30 % de feldspatos e 28 % de areia (% ponderais). Apesar do seu custo relativo baixo, este tipo de porcelana é cada vez menos usado devido à diminuição de

desempenho ao longo do tempo (Figura 6). Isto é devido à presença de grãos cristalinos de quartzo e cristobalite na microestrutura. Durante o arrefecimento, a transformação de fase do quartzo- β a quartzo- α , e também da cristobalite- β a cristobalite- α , é acompanhada de variação dimensional, causando o aparecimento de tensões internas e microfissuras que podem ter dimensões semelhantes às do tamanho de grão desses cristais. Com a aplicação de forças externas aos isoladores e com a ocorrência de choques térmicos, a propagação e crescimento dessas fissuras acelera. ^[8] Além disso, a perda de volume dos grãos de quartzo cria uma zona porosa ao seu redor. Quando sujeitos a potenciais elétricos elevados, o gás retido nessa região porosa ioniza-se e ocorrem fenômenos de condução elétrica e aquecimento localizados contribuindo também para a propagação e crescimento de fissuras dentro do isolador, como mencionado no ponto 1.5. ^[3]

Tabela 1 – Especificações técnicas de porcelanas elétricas segundo norma IEC 60672-3 1997 (excerto).

		Grupo	C100		
		Tipo	Porcelanas de alumino-silicatos		
		Subgrupo	C110	C120	C130
Propriedade		Unidade			
Porosidade aberta aparente (máximo)		% vol	0,0	0,0	0,0
Densidade (mínimo)		-	2,2	2,3	2,5
Resistência mecânica à flexão (mínimo)	Sem vidro	MPa	50	90	140
	Com vidro	MPa	60	110	160
Coef. de expansão térmica (30 °C a 600 °C)		10^{-6} K^{-1}	4 a 7	4 a 7	5 a 7
Condutividade térmica (30 °C a 100 °C)		$\text{W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$	1 a 2,5	1,2 a 2,6	1,5 a 4
Rigidez dielétrica (mínimo)		kV mm^{-1}	20	20	20

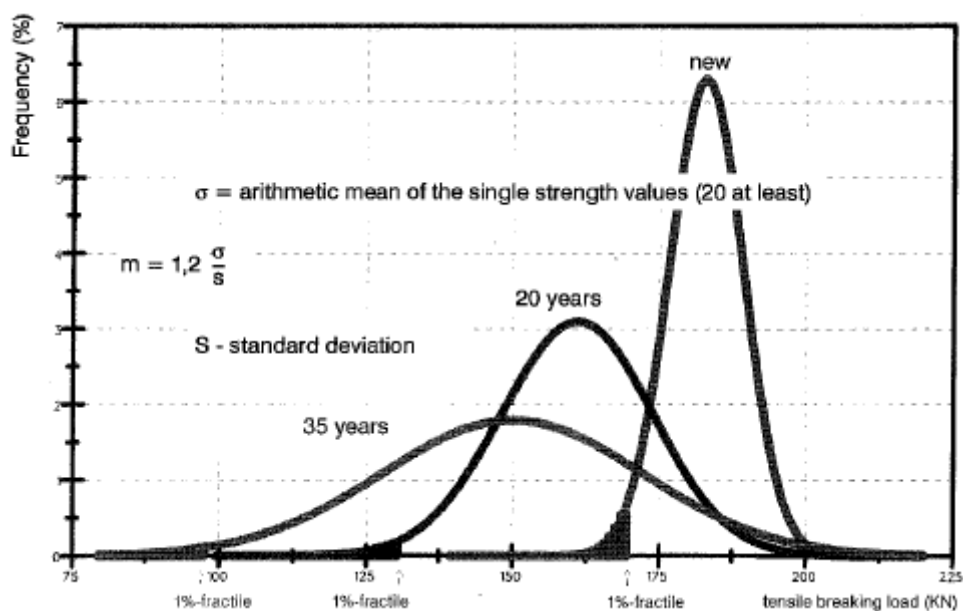


Figura 6 – Variação ao longo do tempo da carga mecânica de rutura em isoladores de porcelana siliciosa. ^[3]

Com o intuito de diminuir a quantidade de quartzo residual e aumentar a resistência mecânica da porcelana começou a ser introduzida alumina nas pastas e surgiram assim as porcelanas do tipo C120 e C130. Nas porcelanas C130 a areia de sílica é inteiramente substituída por alumina, tendo uma composição típica de 36 % de argilosos, 30% de feldspatos e 34 % de alumina. As porcelanas C120 têm uma composição intermédia entre as porcelanas C110 e C130 e são compostas por aproximadamente 42 % argilosos, 30 % de feldspatos, 18 % de areia (sílica) e 10 % de alumina (% ponderais). As porcelanas C120 e C130 têm uma maior resistência mecânica e um melhor desempenho ao longo do tempo, permitindo uma maior duração e menores encargos com a sua manutenção e substituição. Como principal desvantagem aponta-se o preço mais elevado destes isoladores, devido ao custo elevado da alumina.

A substituição do quartzo por alumina aumenta o módulo de Young e a densidade da porcelana (Tabela 2), permitindo ainda reduzir os problemas de processamento e qualidade final dos isoladores uma vez que a alumina se mantém inerte (e sem transformações de fase) e os grãos de quartzo estão presentes numa quantidade residual. A condutividade térmica dos isoladores é também maior nas porcelanas aluminosas devido à alumina ter uma condutividade térmica maior do que a do quartzo, 30 W/mK e 3 W/mK, respetivamente.^[4] Liebermann ^[3] [10, 11] defende que, para se aumentar a resistência mecânica de porcelanas aluminosas, se deve: utilizar alumina com

tamanhos de partícula pequenos (menores do que 10 μm) e garantir a sua boa dispersão na matriz; promover a formação de fase vítrea prematuramente; utilizar atmosfera redutora acima de 1000 $^{\circ}\text{C}$; utilizar a temperatura mínima de sinterização; e fazer um arrefecimento rápido na parte final do processo. A nível microestrutural, o teor em alumina (coríndon) deve ser maior do que 40 %, o de mulite menor ou igual a 15 % e o de fase vítrea de aproximadamente 45 %. A quantidade de quartzo residual deve ser inferior a 1 % e o seu diâmetro máximo entre 15 μm e 20 μm .^[3]

Tabela 2 – Propriedades mecânicas de monocristais de quartzo, mulite e coríndon (alumina).^[3]

	Quartzo	Mulite	Coríndon
Módulo de Young (GPa)	~ 90	~ 40	~30-500
Resistência à compressão (MPa)	~ 2200	~ 2200	~3000
Resistência à tração (MPa)	~ 85	~ 80	~150- 500
Resistência à flexão (MPa)	~ 140	~ 100	~300-800

1.8. Porcelana de bauxite

As porcelanas aluminosas englobam uma mistura de argilas, caulinos, feldspatos e alumina, como já foi mencionado anteriormente. Alumina é a designação que se dá ao óxido de alumínio e pressupõe o seu uso num estado de pureza elevado. A alumina é obtida através do processo Bayer partindo da matéria-prima natural bauxite. A bauxite é constituída maioritariamente por hidróxido de alumínio e outras impurezas como sílica, óxido de ferro, óxido de titânio e alumino-silicatos hidratados. Devido à complexidade e preços elevados do processo Bayer, a alumina pura tem um custo final significativamente elevado. O preço da alumina leva, assim, a que porcelanas aluminosas de alta resistência mecânica tenham também um custo elevado, sendo um inconveniente para a sua aplicação em sistemas de grande escala. Surgiu assim a necessidade de se encontrar alternativas com um custo menos elevado, mas garantindo as mesmas propriedades mecânicas, deste tipo de porcelanas.^{[3] [10, 11]}

O uso de bauxite calcinada (com mais de 85 % de Al_2O_3) como fonte de alumina foi sugerido por Liebermann que desenvolveu e patenteou o método de obtenção da porcelana.^[11] Para garantir a

mesma quantidade de alumina que a presente na composição típica de porcelanas C130, a quantidade de bauxite adicionada tem de ser maior devido à quantidade de impurezas que tem presentes. A distribuição de tamanho de partículas deve ser próxima da que é usada com alumina pura, entre 5 μm e 10 μm . É necessário garantir que a alumina introduzida pela bauxite permaneça sob a forma de coríndon e que não reaja com a sílica formando mulite. A sílica introduzida na composição deve ser por isso dissolvida por uma fase vítrea reativa à temperatura mais baixa possível. Impurezas como Fe_2O_3 , TiO_2 e óxidos de metais alcalinos introduzidas pela bauxite, auxiliam a formação da fase vítrea desejada, devido à formação de eutéticos a cerca de 1000 °C. A incorporação de argilas e caulinos com mais de 5 % de impurezas deste tipo, preferencialmente com quantidade elevada de minerais com estrutura lamelar TOT (tetraedro-octaedro-tetraedro), potencia ainda mais este efeito uma vez que o espaçamento entre camadas destas argilas são maioritariamente ocupados por iões alcalinos, principalmente iões potássio. De forma a evitar a introdução de quartzo residual, a quantidade de feldspato deve ser diminuída para menos de 10 % e substituída por agentes de fluxo, como o sienito nefelínico, que aumentam a difusão dos átomos e dissolvem a sílica presente, além de baixarem a temperatura de cozedura. Como os agentes de fluxo diminuem a viscosidade da fase vítrea, a dissolução da sílica é vantajosa porque tem o efeito contrário de aumentar a viscosidade, mantendo-a equilibrada e evitando uma deformação pirolástica excessiva. Liebermann indica para a obtenção de uma porcelana deste tipo uma composição de cerca de 50 % de bauxite calcinada, 25 % de argilas, 15 % de caulinos, 5 % de feldspato e 5 % de sienito nefelínico (% ponderais). Podem ainda ser utilizados outros aditivos, como o talco e a bentonite. Além do custo mais baixo, este tipo de porcelanas apresenta microestruturas com quantidades de quartzo muito mais baixas do que as porcelanas fabricadas a partir de alumina pura. Além disso, o tamanho máximo de partículas de quartzo encontradas foi de 35 μm , significativamente menores do que no caso das porcelanas a partir de alumina pura, 90 μm . A principal desvantagem encontrada foi a da presença de maior porosidade na microestrutura. ^[3] ^[10]

11]

2. Atividades do estágio

Ao longo do estágio foram feitos vários trabalhos que permitiram o enquadramento no funcionamento da empresa, bem como a aquisição e desenvolvimento de novos conhecimentos. Neste capítulo apresenta-se primeiramente o processo produtivo da empresa. Seguidamente faz-se o desenvolvimento do inventário de ensaios realizados no laboratório cerâmico e do acompanhamento dos ensaios industriais em curso no processo produtivo da Cerisol.

2.1 Produção de isoladores cerâmicos na Cerisol

Os isoladores cerâmicos de alta tensão são os produtos com maior dimensão e complexidade feitos em materiais cerâmicos. A responsabilidade do seu desempenho nos sistemas de transmissão de energia é elevada, sendo por isso necessário assegurar-se e garantir-se a qualidade dos mesmos. É necessário o equilíbrio de propriedades requeridas, processamento e desenho do produto. A relação entre preço e desempenho técnico tem de ser também assegurada, de forma a poder competir nos mercados. ^[8]

A dificuldade de processamento de isoladores cerâmicos prende-se com a complexidade de operações e com os longos tempos de processamento que o caracterizam. Estes dois fatores são influenciados principalmente pela grande dimensão e massa dos isoladores. Na Figura 7, apresenta-se o esquema do processo produtivo dos isoladores na Cerisol e na Figura 8 fotografias de algumas etapas do processo.

A pasta da Cerisol é produzida externamente. Quando chega à fábrica é armazenada em tanques, permanecendo aí até ao início do processo de fabrico. O processo de fabrico dos isoladores começa então com a filtro-prensagem da pasta em suspensão. As lastras obtidas são depois colocadas num amassador e procede-se à extrusão de rolos cilíndricos com dimensão próxima à do desenho do isolador (Figura 8). Após a extrusão, os rolos são secos aplicando um potencial elétrico de aproximadamente 1V/cm nas suas extremidades. Com isto diminui-se a percentagem de humidade do rolo e incrementa-se a sua resistência mecânica em verde de forma a poder ser manuseado e conformado. A conformação dos isoladores é feita por torneamento mecânico, utilizando-se reprodutores manuais ou robôs automáticos (Figura 8). Uma secagem inadequada do rolo pode levar ao aparecimento de defeitos na superfície do isolador. Estes defeitos podem ser causados principalmente pela vibração do rolo no torno ou pelo atrito causado pela ferramenta de corte (fretadeira). Se o rolo estiver ainda muito verde (humidade elevada), pode até abater sobre si mesmo (cedência plástica), levando à sua inutilização. No fim do torneamento das peças, estas são esponjadas para que a superfície dos isoladores fique livre de imperfeições. As peças são depois colocadas em cavaletes metálicos e seguem para a secagem térmica.

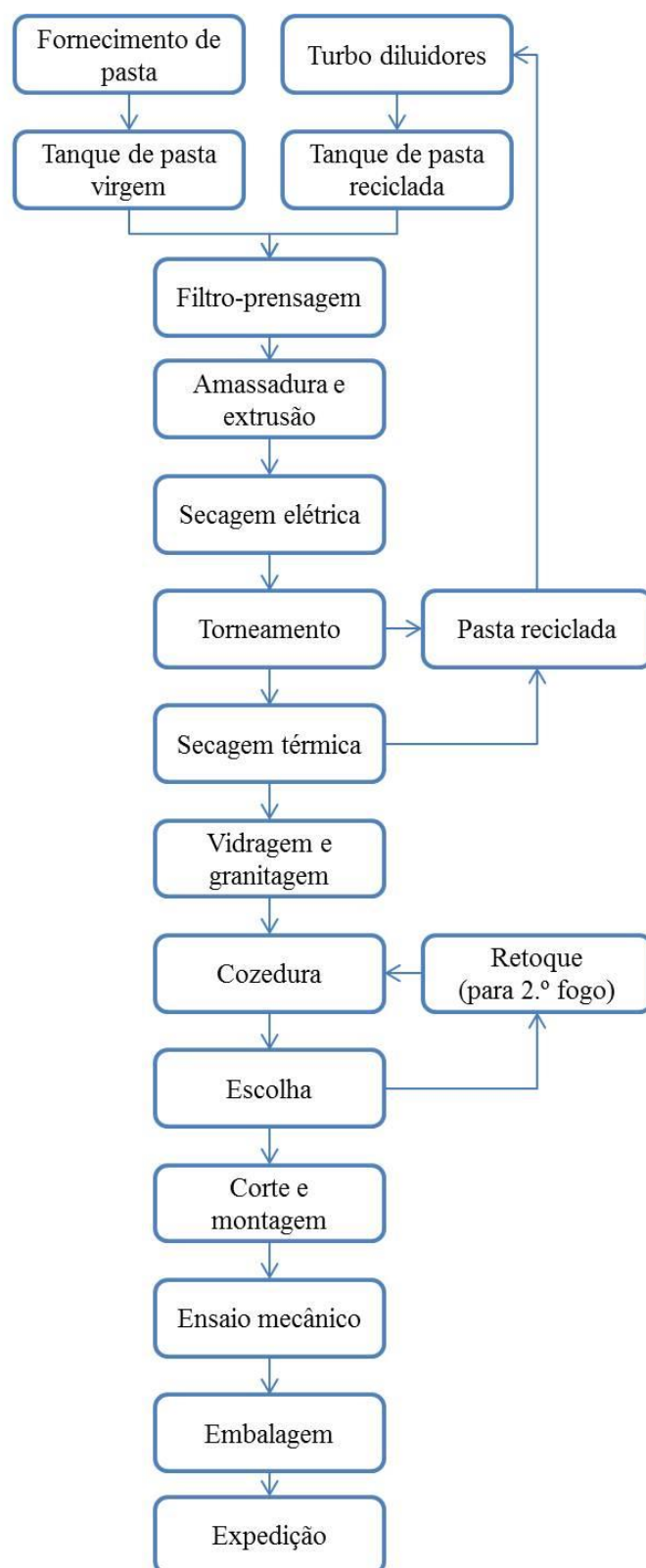


Figura 7 – Esquema do processo produtivo de isoladores na Cerisol.



Figura 8 – Imagens das etapas de: extrusão (a), torneamento (b) e cozedura (c). Fotografias tiradas na Cerisol

A operação de secagem é das mais importantes e necessita de grande atenção no processamento dos isoladores devido, como já foi referido, às grandes dimensões e massa que possuem. O estudo antecipado e cuidado do mecanismo e cinética do processo de secagem permite manter um controlo estável, seguro e eficiente do processo. ^[9] A secagem deve ser suficientemente lenta para que a contração seja uniforme no núcleo e nas abas; caso contrário, leva à queda das abas e ao aparecimento de fissuras internas só detetáveis na solicitação mecânica dos isoladores, durante o ensaio mecânico, após cozedura (Figura 7). Além disso a sustentação dos isoladores nos cavaletes deve ser feita cuidadosamente de modo a garantir que a secagem seja igual no topo e na base do isolador. A base do isolador suporta toda a massa do mesmo, sendo por isso mais suscetível ao aparecimento de fissuras grandes. A duração da operação de secagem dos isoladores vai de 10 a 17 dias, aproximadamente, sendo por isso necessário ter um controlo seguro de todas as variáveis de secagem de modo a diminuir a ocorrência de refugos.

Finalizada a etapa de secagem, os isoladores são submetidos a uma escolha visual onde se detetam possíveis defeitos superficiais introduzidos durante o torneamento ou causados pela secagem. Isto permite que peças defeituosas ainda sejam aproveitadas, sendo partidas e reintroduzidas nos tanques diluidores de pasta (Figura 7). A etapa de vidragem começa com o esponjamento e eliminação do pó de toda a superfície do isolador. Isto garante um acabamento melhor das peças e a eliminação de defeitos. A vidragem propriamente dita é feita por imersão numa tina de vidrado. O isolador é imerso com uma rotação constante durante um intervalo de 7 a 10 segundos, consoante o diâmetro do seu núcleo. Como na maioria dos cerâmicos, a camada de vidro superficial melhora o aspeto das peças, permite uma melhor impermeabilização e consequente resistência às condições ambientais, assim como um aumento de resistência mecânica. No vidrado usado nos isoladores é frequente a incorporação de 20 a 35 % em peso de óxidos de metais de transição (Fe_2O_3 , TiO_2 , MnO_2). Estes óxidos dão uma coloração castanha ao vidrado e se sinterizados em atmosferas redutoras permitem obter-se iões num estado de oxidação mais baixo. A presença de todos estes iões, Ti^{3+} , Ti^{4+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mn^{3+} e Mn^{4+} , no vidrado resulta numa semi-condução do tipo n. Isto serve para reduzir a linha de arco causada pela ionização do ar (principalmente em ambientes húmidos ou poluídos e com potenciais muito elevados entre o condutor e o isolador). ^[4]

Está incluída na etapa de vidragem a aplicação de um granitado nas extremidades do isolador, com o intuito de aumentar a rugosidade e garantir que a ferragem fica bem firme e justa. Na solicitação mecânica, a zona granitada é a que está sujeita à maior tensão; o granitado é, por isso, aplicado com uma mistura de vidro e cola, garantindo a sua boa adesão à superfície do isolador. O granitado deve

ter um diâmetro entre 2 e 2,5 mm e uma geometria esférica de forma a não induzir defeitos na superfície do isolador, como acontece com geometrias mais aciculares. O coeficiente de dilatação térmica do granitado deve ser menor do que o do vidrado e este menor do que o da pasta, respetivamente. Isto induz a presença de forças compressivas superficiais que aumentam a resistência mecânica da superfície vidrada e por consequência do isolador. ^[3]

A cozedura é feita em fornos intermitentes, com um ciclo temporal entre 50 e 140 horas, à temperatura máxima de 1260 °C. Os isoladores são apoiados pela base e seguros pelas gargantas por materiais refratários, no topo. Durante a maturação ocorre retração dos isoladores e estes ficam então suspensos pela aba. Esta suspensão garante que sejam eliminados possíveis empenos ocasionados na secagem e os isoladores fiquem retos e não-excêntricos

Depois da cozedura, os isoladores são submetidos a uma escolha visual para a deteção de defeitos. No caso do aparecimento de pequenos defeitos, os isoladores podem ser retocados e submetidos a nova cozedura, denominada de segundo fogo. Seguidamente os isoladores seguem para a secção de corte e depois para a montagem de ferragens nas suas extremidades. As ferragens são feitas em ferro fundido maleável e zincadas posteriormente para melhor resistência à corrosão. O desenho e geometria das ferragens são feitos consoante a aplicação a que se destina o isolador e as ferragens são submetidas a verificação de qualidade antes da sua montagem. Na operação de montagem, o interior das ferragens e a zona granitada do isolador são pintados com uma tinta betuminosa que aumenta o atrito, além de proporcionar uma camada protetora da superfície. A fixação da ferragem é feita com cimento Portland. Até se atingir a presa do cimento, o conjunto isolador-ferragem está fixo numa cércea que garante a dimensão e alinhamento correto da furação das ferragens.

Antes da expedição, os isoladores são sujeitos a verificação de qualidade, sendo submetidos a 50 % da carga mecânica para a qual foram projetados. Em cada lote faz-se também um ensaio mecânico destrutivo de forma a legitimar o valor de resistência mecânica garantida.

2.2 Inventário de ensaios realizados no laboratório cerâmico

Um dos objetivos do estágio era fazer-se a inventariação de todos os ensaios realizados no laboratório da empresa. Com isto pretendia familiarizar-se com a atividade do laboratório e perceber-se a importância de cada um dos ensaios no processo produtivo da empresa. Além disso, a realização de alguns desses ensaios deveria permitir ganhar-se experiência e autonomia laboratorial.

O inventário foi realizado sob a forma de uma tabela onde se incluiu os seguintes campos:

- Descrição do ensaio
- Frequência de realização
- Equipamento utilizados
- Duração do ensaio
- Métrica utilizada e valores obtidos.

Foi feita uma divisão em secções, separando-se os ensaios feitos especificamente aos seguintes casos:

- Matérias-primas
- Pastas em processamento
- Vidrados
- Cimentos
- Produto acabado.

Estes ensaios são muito importantes uma vez que permitem um controlo de tudo o que é posto em produção e uma deteção precoce de problemas. Os resultados obtidos nestes ensaios são registados numa base de dados para poderem ser consultados a qualquer momento, no caso de aparecimento de algum problema no produto final.

Relativamente às matérias-primas virgens é feito um controlo granulométrico a cada fim de ciclo de moagem. Como atualmente a produção de pasta não é feita nas instalações da Cerisol, a empresa produtora de pasta fornece as amostras de feldspato e areia após o fim de cada ciclo de moagem, fazendo-se no laboratório o controlo do resíduo ao peneiro de 63 μm , do diâmetro médio de partículas (D50), bem como da percentagem granulométrica inferior a 10 μm .

No laboratório é feito também o controlo de todas as pastas virgens (acabadas de receber) e completas. As pastas completas, resultam da mistura de pasta virgem com pasta reciclada. A pasta reciclada é obtida por diluição das aparas resultantes do processo de torneamento dos isoladores. O controlo das pastas é feito semanalmente, aos dois tipos de pastas. O processo de controlo começa com a pasta ainda em suspensão, é medida a densidade, a viscosidade e o pH e é feito um controlo granulométrico ao nível do resíduo ao peneiro de 63 μm , do diâmetro médio de partículas e da percentagem granulométrica inferior a 10 μm (tal como se faz nas matérias-primas). Seguidamente, as pastas são filtro-prensadas, obtendo-se uma lastra que é depois partida em pequenos pedaços, amassada e extrudida. Após a extrusão de provetes é determinado o índice de Pfefferkorn. Os provetes são depois secos e cozidos com e sem vidro no forno do laboratório. Nesta etapa é determinada a perda ao rubro, a retração verde-seco e seco-cozidos dos provetes, o índice de piroplasticidade, a resistência mecânica à flexão de provetes verdes e de provetes cozidos (com e sem vidro) bem como a densidade aparente, a absorção de água e o coeficiente de dilatação térmica dos provetes cozidos. A realização de todos estes ensaios permite verificar se as pastas apresentam, além das propriedades finais requeridas, as propriedades importantes para o processo produtivo da empresa.

Os vidrados utilizados na Cerisol são também adquiridos a uma empresa exterior. No momento da sua receção, é feito um controlo da densidade, da viscosidade, do pH e da sua granulometria. É feita a conformação de um pequeno provete que, depois de cozido, é utilizado para a determinação do coeficiente de dilatação térmica do vidro. É ainda vidrada uma amostra de pasta seca e feita a sua cozedura a fim de analisar a cor e aspeto final do vidro.

Antes dos isoladores começarem a ser vidrados, é feito novamente um controlo da densidade e da viscosidade do vidro que está nas tinas de vidragem, a fim de verificar se é necessário fazer alguma correção. Além disso é também controlada a percentagem de humidade dos isoladores no final de cada ciclo de secagem, imediatamente antes do início da vidragem.

Os cimentos utilizados na etapa de montagem dos isoladores são também controlados a cada novo lote, sendo determinado o seu tempo de presa, a sua expansibilidade e a sua resistência mecânica. O tempo de presa e a expansibilidade do cimento são determinados com um aparelho de vicat e de Le Chatelier, respetivamente.

Por fim, relativamente ao produto acabado, é determinada a percentagem de absorção de água em amostras retiradas dos topos dos isoladores e verificada a ausência de porosidade. Esta última é feita inserindo um pedaço de caco do isolador dentro de uma solução de fucsina (corante), sendo aplicada depois uma pressão de cerca de 9 bar. No final do ensaio a porcelana é considerada porosa

ou não porosa, consoante a entrada da fucsina no interior do caco. Este controlo é feito a cada fim de ciclo de cozedura, no caso da absorção de água, e diariamente no caso da verificação da ausência de porosidade.

2.3 Ensaios industriais em curso e envolvimento na produção

Relativamente ao envolvimento na produção, fez-se um acompanhamento de todos os ensaios industriais em curso, sendo feita a recolha e o registo de todas as informações relevantes. Estes ensaios permitem avaliar as alterações introduzidas que reflitam uma melhoria das propriedades finais dos isoladores ou do processo de fabrico da empresa. A importância do acompanhamento destes ensaios deve-se ao facto do processo produtivo dos isoladores ser muito longo, evitando-se perder informações relevantes para a compreensão do funcionamento mesmo.

Foram acompanhados ensaios relativos à aprovação de alterações feitas ao nível de vidrados, nomeadamente, alterações à sua granulometria e alterações ao tempo de afogamento dos isoladores que depende da densidade e da viscosidade do vidrado. Quanto maior a densidade e a viscosidade do vidrado, menor tem de ser o tempo de afogamento, a fim de evitar uma camada de vidrado demasiado espessa, que leva geralmente ao aparecimento de defeitos, nomeadamente vidro fugido, bolhas ou marca de saída do vidro. Após a realização dos ensaios os isoladores foram analisados na escolha, verificando-se se estavam presentes algum dos tipos de defeitos mencionados.

Outros ensaios realizados foram relativos a alterações da composição das pastas. Nestes ensaios foi feito um acompanhamento ao longo de todo o processo produtivo. Começou na extrusão, com a medição da dureza do rolo, com um penetómetro, e da temperatura de saída da fieira. Seguidamente registaram-se os tempos de secagem elétrica e a tensão imposta ao rolo. Antes do torneamento é necessário o controlo do comprimento e da dureza do rolo a fim de se verificar a percentagem de retração e dureza indicadas para o torneamento. Após a secagem térmica e no final da cozedura dos isoladores fez-se uma inspeção visual a fim de detetar a presença de eventuais defeitos. Por fim, fez-se a montagem de ferragens nos isoladores e um ensaio mecânico destrutivo. Os valores obtidos foram depois comparados com os valores padrão e avaliada a eficácia da alteração feita.

Ao longo do estágio foi feito também o acompanhamento de ensaios industriais relativos a novas composições de granitado e a alterações de ciclos de secagem. O acompanhamento dos ensaios industriais e o contato diário com a produção permitiram verificar que são várias as propostas de melhoria que são perdidas por serem só passadas oralmente entre colaboradores. Esta recolha de informação é muito importante uma vez que cada pessoa sabe exatamente quais as principais

dificuldades e aspetos que podem ser melhorados no seu posto de trabalho. Além disso, a envolvimento na melhoria contínua leva ao crescimento do interesse e da motivação no trabalho dos colaboradores. Deste modo, foi proposta a colocação de uma caixa de sugestões na fábrica. A proposta foi posta em prática pelo departamento de recursos humanos, estando agora em fase experimental a fim de verificar a sua aceitação por parte dos colaboradores.

3. Pasta cerâmica aluminosa: materiais e métodos

O objectivo principal deste trabalho era desenvolver uma pasta aluminosa do tipo C130. A metodologia experimental realizada começou com a caracterização das matérias-primas (argilosas e não argilosas) disponíveis na Cerisol. Seguidamente foram preparadas suspensões de pasta cerâmica, conformados provetes cilíndricos por extrusão, que foram secos, cozidos e feita a sua caracterização.

3.1 Caracterização das matérias-primas e pastas

Os valores relativos à composição química, à percentagem de perda ao rubro e à resistência mecânica em verde das matérias-primas foram recolhidos das respetivas fichas técnicas e da base de dados da Cerisol.

As matérias-primas utilizadas compreenderam três tipos de argilas, designadas por argila A, argila B e argila C, um tipo de caulino, bauxite calcinada, feldspato, sienito nefelínico e talco.

Os minerais presentes foram identificados por difração de raios X no aparelho Rigaku Geigerflex com radiação $K\alpha$ do Cu ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$), com um passo de $0,02^\circ$ e velocidade de passo de $3^\circ/\text{min}$. As fases cristalinas foram identificadas de acordo com a base de dados JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards). A determinação da quantidade de fases cristalinas foi feita pela técnica WPF (Whole Pattern Fitting) utilizando o programa Jade 9.

As distribuições granulométricas foram determinadas pela técnica de sedimentação no equipamento Micromeritics, Sedigraph 5100, com intervalo de deteção de $0,1$ a $300 \mu\text{m}$.

O grau de humidade adequado ao processo de extrusão foi avaliado pelo método de Pfefferkorn, Figura 9. O ensaio consiste na queda de um prato normalizado, com um peso de 1192 g , de uma altura de 186 mm (distância entre a base da amostra e o corpo de queda) em cima de um provete de 4 cm de altura e $3,3 \text{ cm}$ de diâmetro. O índice de plasticidade de Pfefferkorn corresponde à percentagem de humidade necessária para a compressão do provete para 70% da sua altura inicial.

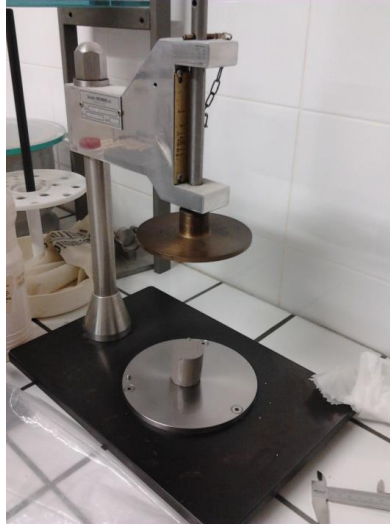


Figura 9 – Plasticímetro de Pfefferkorn e provete de pasta para o ensaio (fotografia tirada no laboratório da Cerisol).

A resistência mecânica foi determinada por flexão a três pontos num dinamómetro universal de ensaios da marca Lloyd, LR 30K. O ensaio foi feito em provetes secos, provetes cozidos sem vidrado e provetes cozidos com vidrado.

A caracterização dos provetes cozidos incluiu a determinação da absorção de água, da densidade aparente, do coeficiente de dilatação térmica e da piroplasticidade.

A absorção de água foi calculada de acordo com a equação 2, sendo M_{hum} a massa do provete húmido e M_{seco} a massa do provete seco:

$$\% AA = \frac{M_{hum} - M_{seco}}{M_{seco}} \times 100 \quad (2)$$

Antes da determinação do peso do provete húmido, este esteve imerso em água a ferver durante 120 min, permanecendo depois em água fria, arrefecendo até à temperatura ambiente. A densidade, ρ , foi determinada pelo método de Arquimedes e calculada de acordo com a equação 3, sendo M_{seco} a massa do provete seco, M_{ap} a massa do provete imerso em água e $\rho_{água}$ a densidade da água:

$$\rho = \frac{M_{seco}}{M_{hum} - M_{ap}} \times \rho_{água} \quad (3)$$

O coeficiente de dilatação térmica foi determinado num dilatômetro Netzsch, modelo 402E, com um ciclo de aquecimento de 10 °C/min até 700 °C.

Para a determinação da piroplasticidade colocaram-se provetes num suporte refratário conforme a Figura 10. Usaram-se provetes com 7 mm de diâmetro e 15 cm de comprimento. O índice de piroplasticidade, IP , foi calculado de acordo com a equação 4, sendo f a flexa, d o diâmetro do provete e a o espaçamento (10 cm):

$$IP = \frac{f \times d^2}{a^4} \quad (4)$$

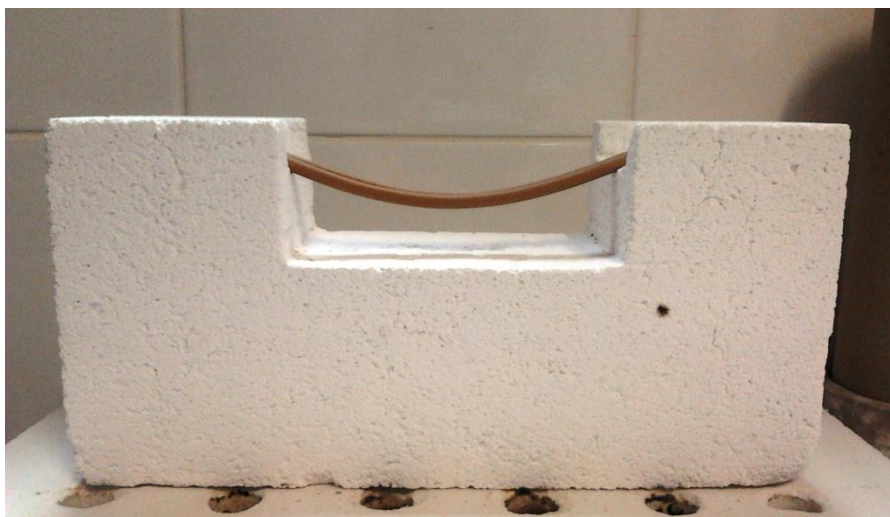


Figura 10 – Aparato utilizado para a determinação da piroplasticidade (fotografia tirada no laboratório da Cerisol).

A análise microestrutural dos provetes cozidos foi feita recorrendo-se à microscopia ótica, utilizando um microscópio NIKON com ampliação de 40x, e à microscopia eletrónica de varrimento (SEM- Scanning Electron Microscopy), utilizando um aparelho Hitachi SU-70 com recurso à análise química por EDS da marca Bruker. O polimento das amostras foi feito primeiramente com lixa de carboneto de silício e posteriormente com pasta de diamante com granulometria de 9 μm , 6 μm e 3 μm , sucessivamente.

3.2 Processamento de pastas

A metodologia de processamento de pastas apresenta-se na Figura 11 e teve como base o método industrial usado na Cerisol. Fez-se uma reprodução o mais próxima possível da industrial com o intuito de se obter resultados com impacto no processo produtivo.

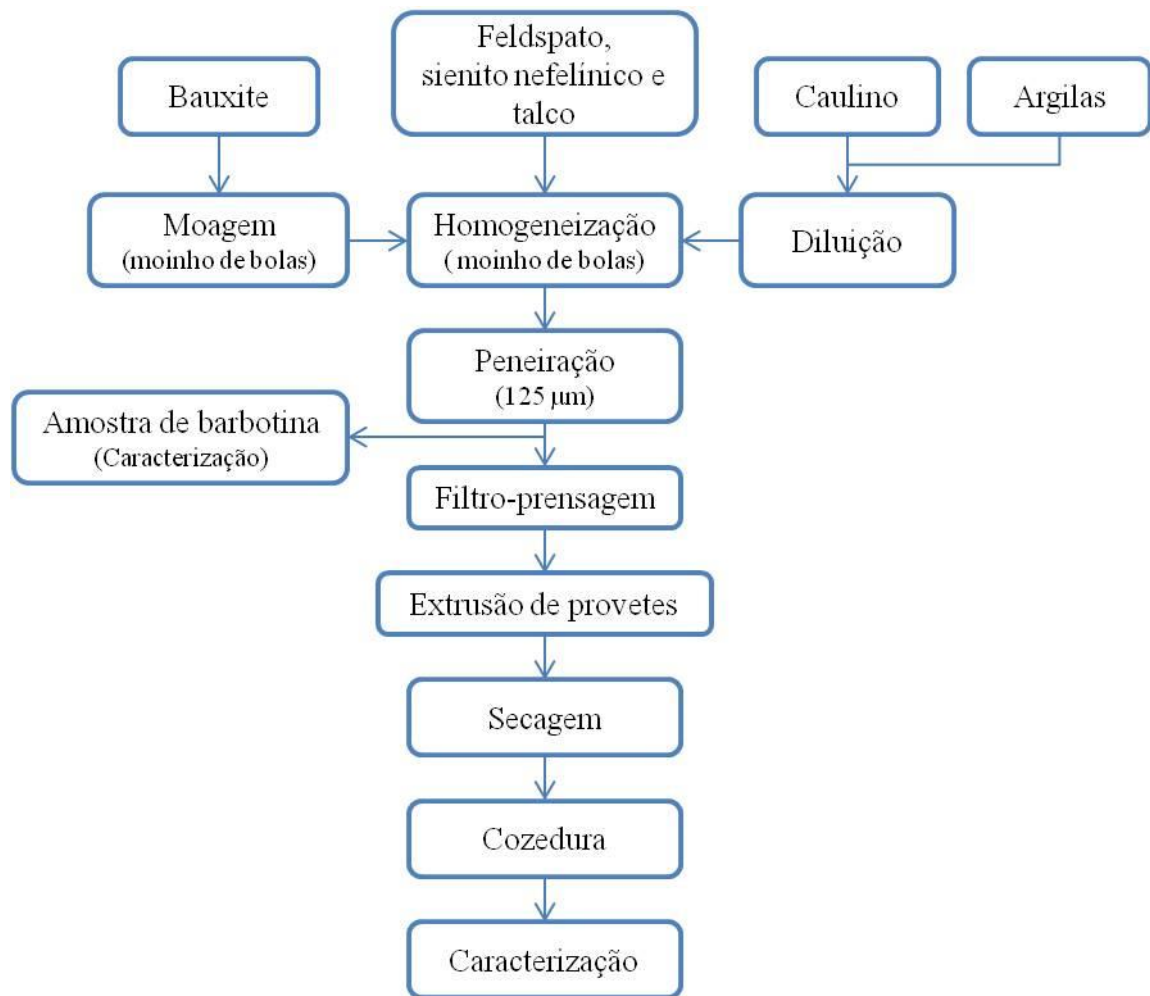


Figura 11 – Esquema do procedimento experimental utilizado para o processamento de pastas. O feldspato, sienito nefelínico e talco não foram moídos por terem sido adquiridos com a granulometria desejada.

O estudo da granulometria em função do tempo de moagem da bauxite calcinada foi feito por moagem via húmida. Utilizou-se um moinho de bolas com capacidade de 5 kg, onde se colocou uma suspensão de densidade 1,7 composta por bauxite calcinada e 10 % de argila (argila A). O controlo da distribuição granulométrica foi feito ao fim de 3, 6, 8 e 10 horas. Não foi necessário fazer este estudo para as restantes matérias-primas duras por terem sido fornecidas com a granulometria desejada.

A caracterização reológica das suspensões incluiu a determinação da densidade com um densímetro de alumínio e a viscosidade com um viscosímetro Gallenkamp. Por comparação experimental verificou-se que 110 ° no viscosímetro Gallenkamp corresponderam, num viscosímetro de Brookfield, a uma viscosidade de 2,64 Pa.s (ou 2644 cP), à velocidade de 20 rpm. Antes de serem filtro-prensadas, todas as pastas processadas foram colocadas à densidade de $1,38 \pm 0,05$ e à viscosidade de 2,64 Pa.s.

As filtro-prensagens foram feitas numa filtro-prensa de laboratório Zeidler modelo 717.75. Usou-se uma pressão de fecho de 350 bar e uma pressão de bombeamento de 15 bar, obtendo-se no final uma lastra de pasta com cerca de 20 % de humidade.

Os provetes para ensaio foram obtidos numa extrusora de laboratório Netzsch de rosca única, com pressão de vácuo de -1 bar. Extrudiram-se provetes de diâmetros de 37 mm, 10 mm e 3 mm.

A secagem dos provetes deu-se inicialmente ao ar, durante 24 horas, e depois em estufa a 110 °C durante mais 24 horas.

Para o estabelecimento das condições de cozedura, foram feitas análises dilatométricas no dilatómetro Linseis GmbH adidi 4.0. Paralelamente, cozeram-se provetes a várias temperaturas num forno de gradiente Labortherm G100/9, que foram depois ensaiados mecanicamente à flexão e determinadas a absorção de água e a densidade.

A cozedura dos provetes foi feita num forno da marca Nabertherm HT 128/16, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min e um patamar de 70 min à temperatura máxima. O arrefecimento foi feito até à temperatura ambiente com o forno desligado.

4. Pasta cerâmica aluminosa: resultados e discussão

4.1 Análise às matérias-primas

O desenvolvimento deste trabalho começou com o estudo das principais características das matérias-primas disponíveis na Cerisol. As composições químicas e mineralógicas das matérias-primas utilizadas neste trabalho podem ser observadas nas Tabela 3 e na Tabela 4, respectivamente.

Pela análise da Tabela 3 constatamos que as matérias-primas em estudo são compostas maioritariamente por SiO_2 e Al_2O_3 , o que é devido ao facto de pertencerem ao grupo dos silicatos e alumino-silicatos. Verifica-se também a presença de óxidos alcalinos e alcalino-terrosos como Na_2O , K_2O , CaO e MgO , bem como dos óxidos Fe_2O_3 e TiO_2 . A presença destes óxidos é de especial importância pois promovem a formação de eutéticos que levam à formação de fase vítrea, aumentando assim a densificação da porcelana e permitindo a cozedura a temperatura mais baixa. A maior quantidade destes óxidos alcalinos está presente na composição das matérias-primas fundentes, i.e., o feldspato, o sienito nefelínico e o talco. São também detetados, ainda que em menor quantidade, nas matérias-primas argilosas e na bauxite calcinada.

Comparando a composição química do sienito nefelínico com a do feldspato observamos que o primeiro possui maior quantidade conjunta de K_2O e Na_2O do que o feldspato, o que nos indica um maior poder fundente. Além disso, pela análise da Tabela 4, e contrariamente ao feldspato, verificamos que na composição mineralógica do sienito nefelínico não é detetada a presença de quartzo, o que será uma vantagem na utilização em porcelanas aluminosas onde se pretende que a quantidade de quartzo seja residual.

O talco tem a seguinte fórmula química: $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$. Não admira que, na análise química do talco (Tabela 3), se verifique a presença de um teor elevado em MgO (33 %). A grande quantidade deste óxido confere-lhe um poder fundente elevado, influenciando e podendo aumentar demasiado a piroplasticidade da porcelana. No fabrico de isoladores, como se encontram suspensos durante a cozedura, o controlo da piroplasticidade tem ainda mais significado, uma vez que pode ocorrer uma deformação pela ação do seu próprio peso, comprometendo a resistência mecânica e as dimensões finais do isolador.

Tabela 3 – Composição química das matérias-primas usadas no desenvolvimento deste trabalho.

Óxidos (% p/p)	Argila A	Argila B	Argila C	Caulino	Bauxite calcínada	Feldspato	Sienito nefelínico	Talco
SiO ₂	54	61	56,9	48,8	5	67,1	57	56,4
Al ₂ O ₃	30	25	25,1	35,7	86	17,2	24	2,7
Fe ₂ O ₃	1,4	1,1	2,3	1,8	2,8	0,1	0,1	0,7
CaO	0,3	0,4	0,2	0,0	2,2	0,5	1,1	0,4
MgO	0,5	0,6	1,2	0,4	---	0,2	0	33
Na ₂ O	0,4	0,5	0,3	0,2	---	2,6	7,8	0
K ₂ O	3,1	2,4	2,7	1,8	---	10,3	9,1	0
TiO ₂	1,1	1,6	1	0,2	4,5	0	0	0
Total	6,8	6,6	7,8	4,37	9,5	13,8	18,1	34,1

Tabela 4 – Qualificação e quantificação obtidas por difração de DRX das fases cristalinas das matérias-primas.

	Fases cristalinas	Quantificação (% ponderal)
Argila A	Quartzo	28,0
	Caulinite	34,9
	Muscovite	37,1
Argila B	Quartzo	58,8
	Caulinite	24,1
	Muscovite	17,1
Argila C	Quartzo	37,7
	Caulinite	33,3
	Muscovite	29,0
Caulino	Caulinite	68,5
	Muscovite	31,5
Bauxite	Coríndon	95,5
	Mulite	4,5
Feldspato	Sílica	35,9
	Albite	34,2
	Microclina	29,8
Sienito nefelínico	Ortoclase	55,2
	Nefelina	44,8
Talco	Talco	100

Analizando as matérias-primas plásticas em termos de composição química, Tabela 3, verifica-se uma percentagem de óxidos fundentes (CaO, MgO, Na₂O, K₂O, Fe₂O₃ e TiO₂) superior a 5 %, tal como sugerido pela literatura.^{[3] [10, 11]} Em termos de composição mineralógica, Tabela 4, deteta-se a presença de quartzo, caulinite e muscovite nas três argilas. No caulino deteta-se somente a presença de caulinite (em maior quantidade) e muscovite.

De igual forma, analisando a composição química e mineralógica da bauxite calcinada, nas Tabelas 3 e 4, verificamos que é composta por mais de 85 % de Al₂O₃, estando 95 % sob a forma do mineral coríndon. Além disso foi detetada mulite e uma presença significativa de óxidos fundentes (Fe₂O₃, CaO e TiO₂), o que, tal como já mencionado é favorável à formação de fase vítrea.

A Tabela 5 resume as principais características físicas das matérias-primas argilosas utilizadas neste trabalho. Pela análise desta tabela, verifica-se que a argila C apresenta o valor de resistência mecânica em verde mais elevado. O caulino, por outro lado, apresenta o valor mais baixo. Estas diferenças podem estar associadas à composição mineralógica bem como à distribuição granulométrica das matérias-primas em causa. A maior resistência mecânica em verde da argila C pode ser devida à proporção mais homogênea das fases mineralógicas presentes, bem como à menor quantidade de muscovite. No caso do caulino, a sua granulometria mais grosseira pode ser uma justificação para a sua baixa resistência mecânica em verde.

Tabela 5 – Principais características físicas das matérias-primas argilosas.

		Argila A	Argila B	Argila C	Caulino
Perda ao rubro (%)		9,2	7,1	10,7	11,1
Resistência mecânica em verde (MPa)		7,35	8,33	18,9	1,86
Índice de Pfefferkorn (%)		28	25	31	-----
Distribuição granulométrica (% cumulativa inferior)	<10 µm	97,4	95,3	97,7	75,6
	<5 µm	94,8	87,7	92,8	56,1
	<2 µm	86,6	73,4	79,9	35,4

Ainda pela Tabela 5, verifica-se que a argila C possui o maior valor de índice de Pfefferkorn e a argila B, por sua vez, o menor valor do mesmo índice. O índice de Pfefferkorn é o valor de humidade, em percentagem, necessário para a compressão de 30 % do comprimento inicial de um provete. Os valores do índice podem ser lidos na Figura 12, sendo iguais à percentagem de humidade correspondente a uma altura final do provete de 2,8 cm. Atribui-se normalmente a um maior valor do índice uma plasticidade menor, uma vez que será necessária mais água (que tem um efeito lubrificante) para a mesma deformação plástica. Comparando este índice com a resistência mecânica em verde das três argilas (Tabela 5) vemos que não existe correlação entre os dois dados. Tendo a argila C maior resistência mecânica em verde do que as argilas A e B, seria de esperar que ela fosse a argila mais plástica, o que não está de acordo com o índice de Pfefferkorn. Além disso, analisando a cor das três argilas, vemos na Figura 13 que a argila C tem a cor mais escura, seguida da argila A e da argila B, significando a coloração mais escura uma maior quantidade de matéria orgânica na composição. A maior quantidade de matéria orgânica tem efeito no aumento da plasticidade de matérias-primas argilosas. ^[12] Pelo descrito anteriormente o índice de Pfefferkorn não deve ser usado como índice de plasticidade de matérias-primas plásticas ou de pastas.

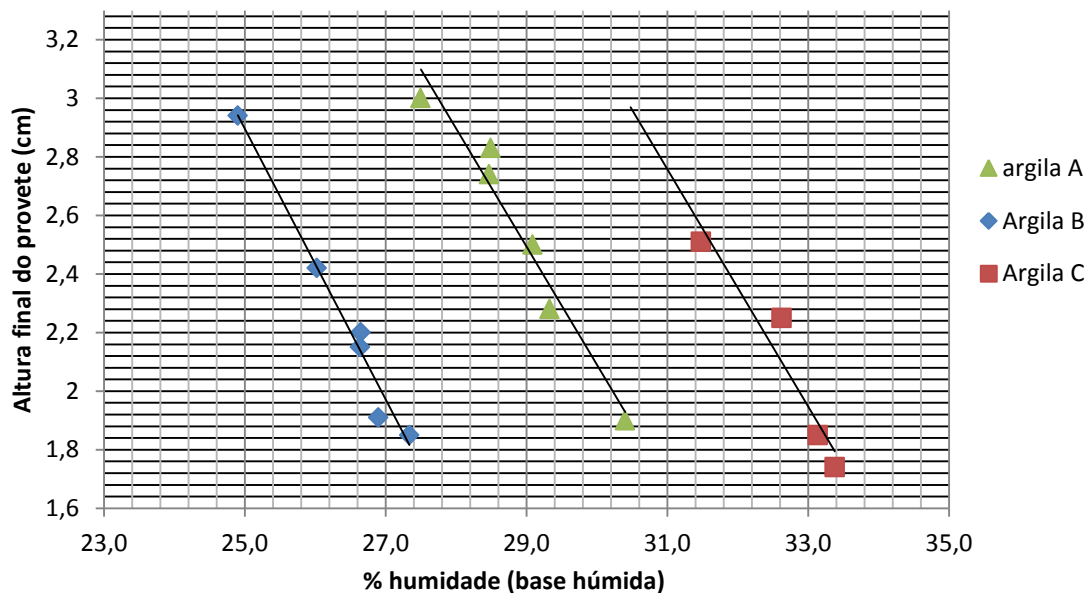


Figura 12 – Curvas de Pfefferkorn relativas às matérias-primas argilosas.

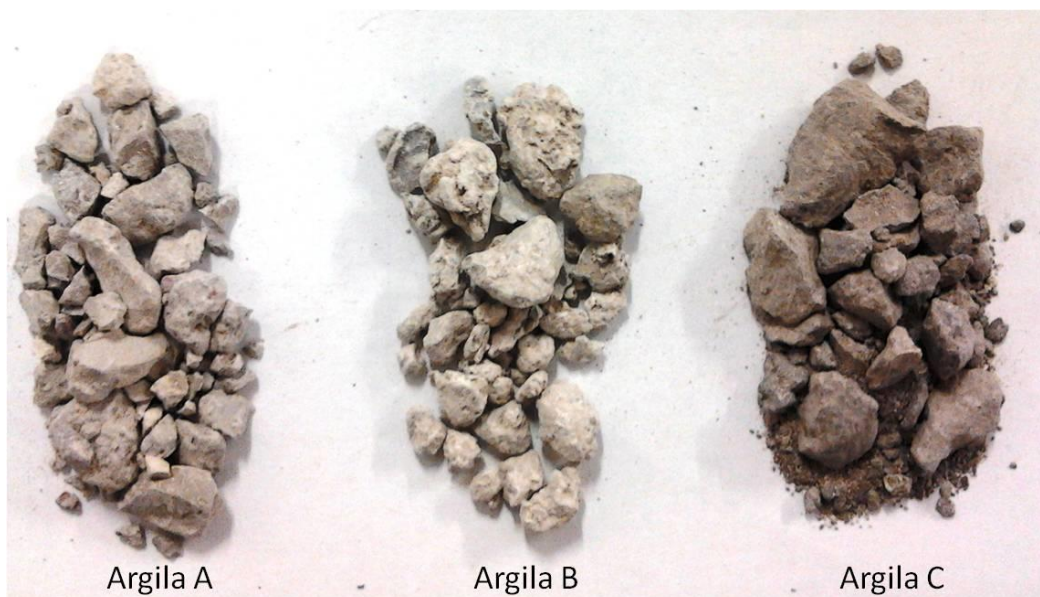


Figura 13 – Fotografia evidenciando o aspeto das argilas A, B e C, utilizadas neste trabalho. (fotografia tirada na Cerisol).

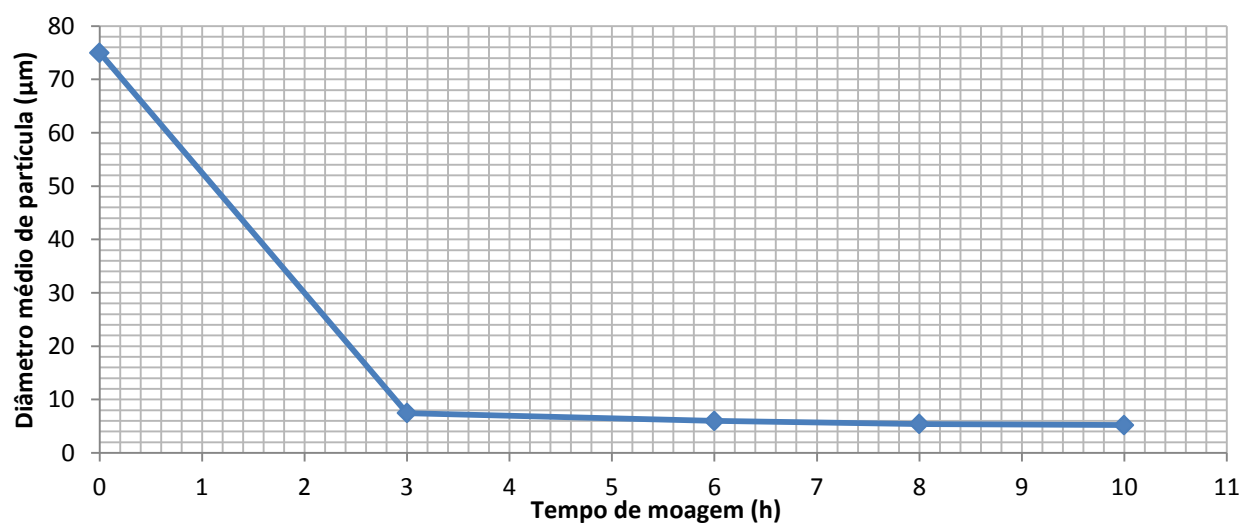


Figura 14 – Gráfico da evolução do diâmetro médio de partículas em função do tempo de moagem da bauxite calcinada.

Na Figura 14 apresenta-se graficamente a evolução do diâmetro médio de partículas (D50) da bauxite calcinada em função do tempo de moagem. Tendo-se partido de um valor inicial de D50 de 75 µm, verifica-se que ao fim de três horas de moagem se atingiu um valor de D50 inferior a 10 µm. A Cerisol tem estado a trabalhar uma pasta C130 baseada em alumina pura em que o valor de D50 é inferior a 6 µm. Para se atingir um valor semelhante, a bauxite calcinada foi moída durante cerca de 8 horas, como se vê nesta figura. Para este tempo de moagem o valor de D50 é de cerca de 5,5 µm.

4.2 Pastas processadas e suas propriedades

Neste trabalho o objetivo principal foi o de obter-se uma pasta com as propriedades de uma porcelana C130, bem como adequar as suas características ao processo de fabrico da empresa. Para isso, foram analisadas, para além das propriedades finais das pastas em estudo, as propriedades com relevância para o método de fabrico de isoladores da Cerisol. Na Tabela 6 apresentam-se os valores típicos das propriedades de uma pasta em produção, servindo para comparação com as pastas em estudo ao nível das propriedades mais relevantes para o processo de fabrico.

Tabela 6 – Valores típicos das principais propriedades de uma pasta em produção na Cerisol.

	Unidade	Pasta da Cerisol
Índice de Pfefferkorn	%	20±1
Retração verde/seco	%	4 a 6
Retração seco/cozido	%	8 a 9
Retração total	%	14 a 15
Índice de piroplasticidade	---	24,5 a 29,5
Resistência mecânica em verde	MPa	4,5 a 6,5

As pastas processadas neste trabalho foram denominadas de PB1 e PB2, sendo a denominação de “PB” a abreviatura de “pasta de bauxite”. A primeira pasta realizada foi a pasta PB1, tendo por base a formulação proposta por Liebermann.^[11] Após a sua caracterização e análise dos resultados

obtidos, foi feita a pasta PB2. Na Tabela 7 apresentam-se as composições em termos de matérias-primas das pastas PB1 e PB2.

Tendo a bauxite calcinada cerca de 86 % de alumina (Al_2O_3) na sua composição química (Tabela 3) e estando 95 % desta sob a forma de coríndon (Tabela 4), como a pasta PB1 tem 52% de bauxite calcinada na sua composição, a quantidade equivalente de alumina introduzida sob a forma de coríndon é de aproximadamente 42 %. Fazendo a mesma análise para a pasta PB2, e sabendo que esta tem 48 % de bauxite calcinada na sua composição, a quantidade de coríndon introduzido é de aproximadamente 39 %. Relativamente à quantidade de matérias-primas argilosas e fundentes das duas pastas, a pasta PB1 é composta por 36 % e 12 % e a pasta PB2 por 40 % e 12 %, respetivamente.

Tabela 7 – Composição em termos de matérias-primas das pastas PB1 e PB2 (% ponderal).

	Bauxite calcinada	Argila A	Argila B	Argila C	Caulino	Feldspato	Sienito nefelínico	Talco
PB1	52	14	10	---	12	5	5	2
PB2	48	12	15	8	5	5	5	2

Na Tabela 8 apresentam-se os principais resultados obtidos da caracterização em verde das pastas PB1 e PB2. Ambas as pastas apresentam um índice de Pfefferkorn semelhante. Pelo anteriormente discutido, este índice não é um indicador da plasticidade das pastas, como se constata aqui de novo, já que as duas pastas apresentam resistências mecânicas em verde muito diferentes, o que pode estar associado a plasticidades diferentes. A resistência mecânica em verde tem especial importância no processo de extrusão e na movimentação e manuseamento dos isoladores, especialmente nas etapas de torneamento e de vidragem, onde são suspensos e onde existe maior probabilidade que se partam ou que surjam fissuras que comprometam a sua integridade mecânica futura. Devido a este último parâmetro, a resistência mecânica em verde, verifica-se que a pasta PB1 não pode ser usada no atual processo produtivo da Cerisol, pois o seu valor é baixo quando comparado com o valor da pasta atualmente em produção na empresa (Tabela 6). O processo de estudo e caracterização da pasta PB1 foi, apesar disso, feito na sua totalidade.

Tabela 8 – Principais propriedades em verde das pastas PB1 e PB2.

	Unidade	PB1	PB2
Índice Pfefferkorn	%	22	21
Resistência mecânica à flexão de provetes verdes (secos)	MPa	2,3	5,2

Foi de forma a contornar a baixa resistência mecânica em verde da pasta PB1 que foi formulada a pasta PB2, tentando-se manter uma proporção de óxidos idêntica à da pasta PB1 (Tabela 9) para que não fossem alteradas profundamente as características após cozedura, ao mesmo tempo que se aumentava a resistência mecânica em verde. Foi assim introduzida a argila C, com maior resistência mecânica em verde do que as argilas já utilizadas (Tabela 5), reduzida a quantidade de caulino na composição (devido à sua baixa resistência mecânica em verde) e substituída uma parte da bauxite calcinada por argilas, mesmo sabendo que a resistência mecânica dos provetes cozidos pudesse ser influenciada negativamente.

Tabela 9 – Composição ponderal em termos de óxidos das pastas PB1 e PB2.

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂
PB1	29,4	57,8	2,0	1,3	0,9	0,7	1,9	2,7
PB2	34,2	54,5	2,0	1,3	0,9	0,7	2,0	2,6

A resistência mecânica em verde da pasta PB2 foi estimada com base na resistência mecânica em verde (individual) de cada uma das matérias-primas, Tabela 5, bem como na sua proporção na composição da pasta, Tabela 7. Deste modo, estimou-se um valor de resistência mecânica em verde de cerca de 4 MPa, tendo-se obtido na prática um valor acima do esperado, cerca de 5,2 MPa.

Relativamente à cozedura das pastas PB1 e PB2, a temperatura de cozedura foi escolhida com base na análise térmica dilatométrica de cada uma das composições. Na Figura 15 apresenta-se a análise dilatométrica das pastas PB1 e PB2, verificando-se que nas duas composições a retração máxima se observa entre 1200 °C e 1250 °C. A partir desse ponto ocorre a inflexão da curva, correspondente a uma possível expansão da porcelana. Da análise da figura, verifica-se ainda uma maior retração da

pasta PB2 em relação à pasta PB1. Para complementar estes resultados, fez-se a cozedura de provetes a várias temperaturas, no forno de gradiente, apresentando-se na Figura 16 e na Figura 17 os resultados relativos à resistência mecânica à flexão, à densidade aparente e à percentagem de absorção de água dos provetes das duas composições. Pela análise das figuras verifica-se que a partir de cerca de 1180 °C a percentagem de absorção de água se mantém sempre nula. Verifica-se, também, que nas duas composições, a resistência mecânica à flexão é sempre superior a 140 MPa (valor mínimo de referência para porcelanas C130). Os valores máximos obtidos, quanto a este último parâmetro, foram de 205 MPa para a pasta PB1 e 181 MPa para a pasta PB2, às temperaturas de 1239 °C e 1243 °C, respetivamente. Ao nível da densidade aparente os valores são relativamente constantes nas duas composições. Na pasta PB1, no entanto, verificam-se valores de densidade maiores que na pasta PB2.

Tendo em conta que nos fornos industriais existem diferenças de temperatura que podem chegar a 25 °C, verificamos que, no caso de serem postas em produção, as duas pastas atingem os valores de resistência mecânica e absorção de água pretendidos em patamar, o que assegura a sua utilização mesmo estando presente essas diferenças de temperatura durante a cozedura.

Após as análises feitas às Figuras 15, 15 e 16, escolheu-se para a cozedura dos provetes das duas composições a temperatura de 1240 °C. O forno disponível para a cozedura apresenta uma diferença de 15 °C a 20 °C entre a temperatura de pirómetro e a temperatura de anel. Deste modo, o forno foi programado para a temperatura máxima de 1225 °C, à qual se fez um patamar de 70 min a fim de simular os tempos de cozedura longos dos isoladores, como se faz no processo de controlo da produção. A temperatura de anel (obtida com um anel de Buller) do forno foi de 1245 °C, estando por isso muito próxima da temperatura pretendida.

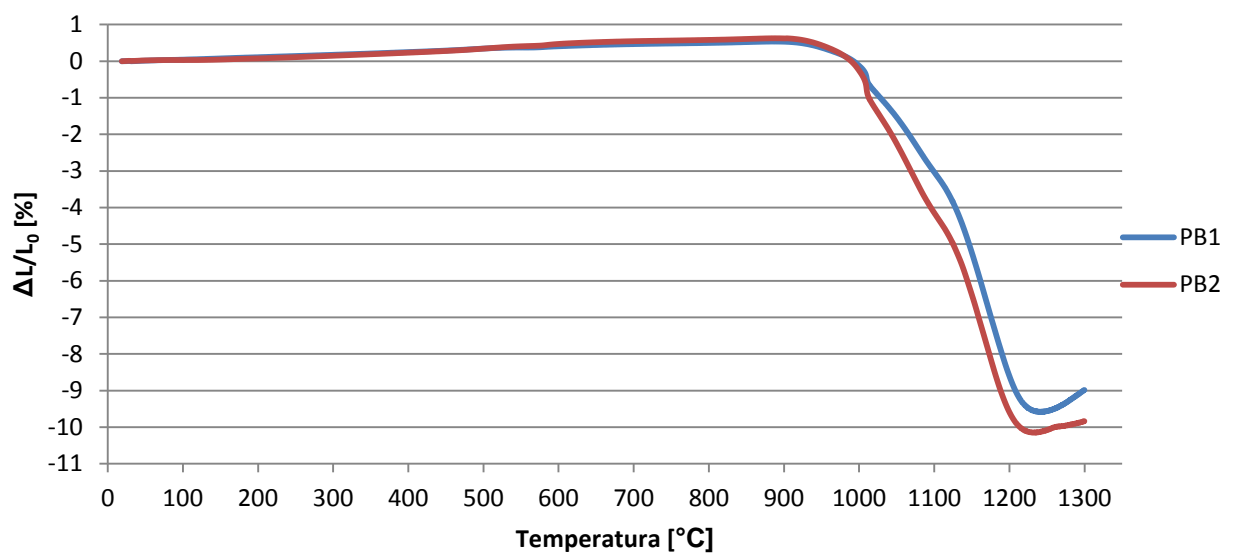


Figura 15 – Análise térmica dilatométrica de provetes das pastas PB1 e PB2.

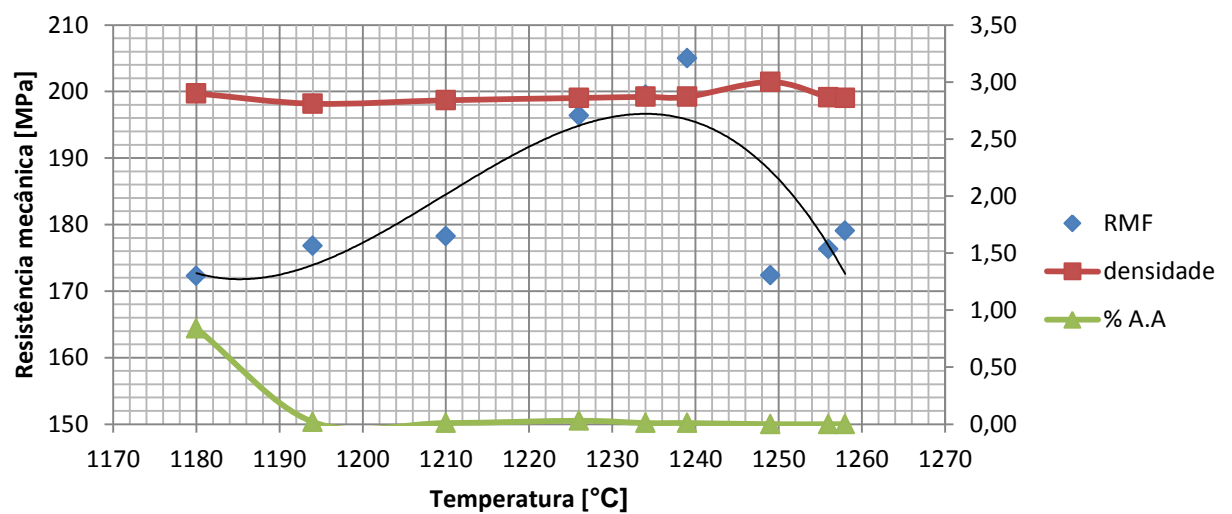


Figura 16 – Variação da resistência mecânica à flexão (RMF), da densidade e da percentagem de absorção de água (%A.A) em função da temperatura de cozedura de provetes da pasta PB1.

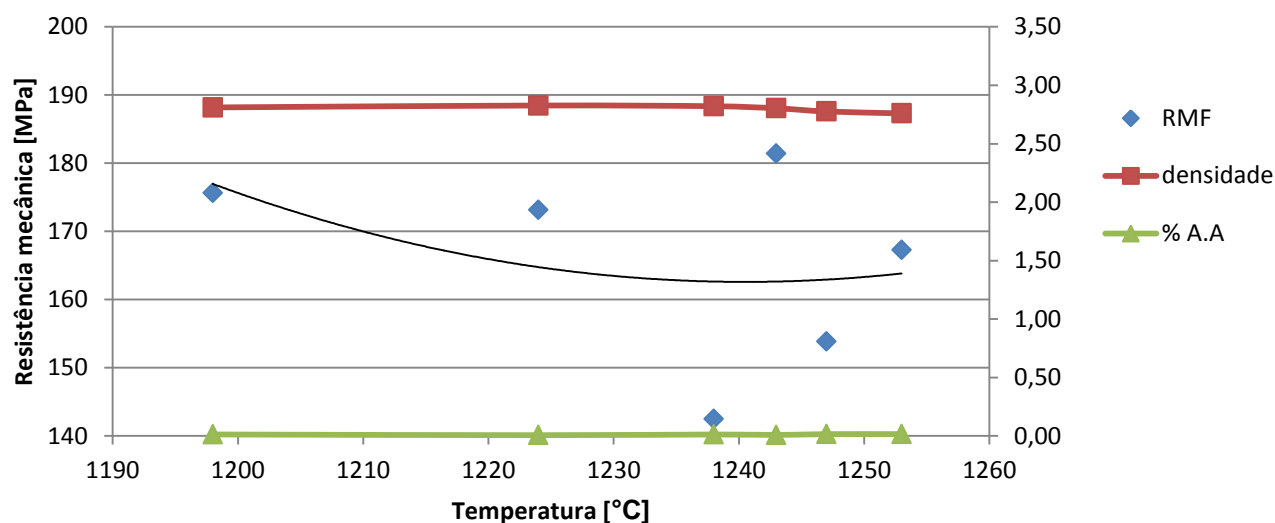


Figura 17 – Variação da resistência mecânica à flexão (RMF), da densidade e da percentagem de absorção de água (% AA) em função da temperatura de cozedura de provetes da pasta PB2.

Na Tabela 10 apresentam-se os principais resultados obtidos da caracterização das pastas PB1 e PB2 após cozedura a 1225 °C. Analisando os resultados obtidos em termos de retração das duas pastas, verifica-se que a pasta PB2 apresenta um valor de retração total próximo do da pasta em produção na Cerisol (Tabela 6). A pasta PB1, por outro lado, teve uma retração total menor, o que pode ser uma vantagem ao minimizar o nível de refugo dos isoladores, visto o aparecimento de fissuras ser mais susceptível de ocorrer durante a retração. Os índices de piroplasticidade das pastas PB1 e PB2 são muito idênticos e são mais baixos do que o da pasta em produção na Cerisol, mostrando-se também como uma vantagem pois evita uma deformação excessiva dos isoladores.

Tabela 10 – Tabela resumo dos principais resultados obtidos com as pastas PB1 e PB2 após cozedura a 1225.°C.

	Unidade	PB1	PB2
Retração verde/seco	%	6,7	7,2
Retração seco/cozido	%	6,7	8,6
Retração total	%	11	15,2
Índice de piroplasticidade	---	19,3	20,8
Resistência mecânica à flexão de provetes cozidos	MPa	185,8	160
Absorção de água	%	0,0	0,0
Densidade	----	2,86	2,75
Coefficiente de Dilatação Térmica (100°C -500°C)	$\times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$	61,2	66,2

Relativamente às propriedades dos provetes cozidos verifica-se que tanto a pasta PB1 como a pasta PB2 cumprem os valores de resistência mecânica à flexão, de percentagem de absorção de água, de densidade e de coeficiente de dilatação térmica estabelecidos pela norma IEC 60672-3 (Tabela 1, capítulo 1) para porcelanas do tipo C130. Na referida norma, o valor mínimo de resistência mecânica à flexão de provetes cozidos sem vidrado é de 140 MPa, a densidade mínima é de 2,5 e a percentagem de absorção de água é nula. A pasta PB1 apresentou um valor de resistência mecânica à flexão maior do que o da pasta PB2, sendo os valores obtidos de 186 MPa e 160 MPa, respetivamente. De igual forma, a densidade da pasta PB1 também foi maior que a densidade da pasta PB2.

Uma propriedade que não foi ainda analisada, mas que faz também parte da norma IEC 60672-3, é a resistência mecânica à flexão de provetes cozidos vidrados. A resistência mecânica de provetes vidrados é dependente da adesão entre a porcelana e o vidrado. O coeficiente de dilatação térmica do vidrado tem de ser menor do que o da porcelana, de modo a que esta exerça uma força compressora sob o vidrado, permitindo assim um incremento de resistência mecânica do provete em cerca de 15 %. Na Cerisol, a diferença do coeficiente de dilatação térmica entre a pasta e o vidrado é de cerca de 15 pontos, tendo a pasta um coeficiente de $\alpha = 78 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ e o vidrado de cerca de $61 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$. Com esta diferença é atingido o aumento de resistência mecânica mencionado. Os coeficientes de dilatação térmica das pastas PB1 e PB2 são muito próximos dos do vidrado atualmente usado na Cerisol, pelo que para se obter o aumento da resistência mecânica dos

provetes vidrados seria necessário o desenvolvimento de um novo vidrado, com um coeficiente de dilatação térmica mais baixo.

Nas Figura 18 e 18, apresentam-se os resultados obtidos por difração de raios X das fases cristalinas presentes nas pastas PB1 e PB2, cozidas a 1225 °C. Nas duas composições foi detetada a presença de coríndon (Al_2O_3), mulite ($3\text{Al}_2\text{O}_3\text{SiO}_2$), quartzo (SiO_2) e anortite ($\text{CaOAl}_2\text{O}_32\text{SiO}_2$). A banda larga entre aproximadamente $20^\circ < 2\theta < 35^\circ$ corresponde à presença de fase vítrea. Para saber a composição em termos quantitativos e complementar estes resultados foi feita uma quantificação das fases presentes, conforme se apresenta na Tabela 11. Pela análise desta tabela, verifica-se que a quantidade de fases cristalinas é muito idêntica nas duas composições, notando-se no entanto na pasta PB2 uma maior quantidade de mulite do que na pasta PB1. Algo que não seria de esperar é a quantidade de anortite detetada, 29 % nos dois casos, parecendo ser elevada face à quantidade de CaO introduzida pelas matérias-primas, cerca de 1,2 % em peso. Na Figura 20, referente à análise química por EDS da pasta PB1 com identificação do elemento cálcio, não se verifica uma presença elevada deste elemento, podendo por isso a quantidade de anortite detetada ser superior à quantidade real. Uma estimativa da quantidade de anortite, na pasta PB1, baseada na comparação das microestruturas com os mapas do elemento cálcio, como mostra a Figura 19, aponta para um valor relativo de cálcio no total da amostra de 5 % em peso. Este valor relaciona-se melhor com a quantidade de cálcio inicial na pasta, pelo que é possível que o valor apontado na Tabela 11 esteja sobrestimado, talvez por se ter utilizado uma ficha JSPDS menor adequada para a anortite presente nas pastas.

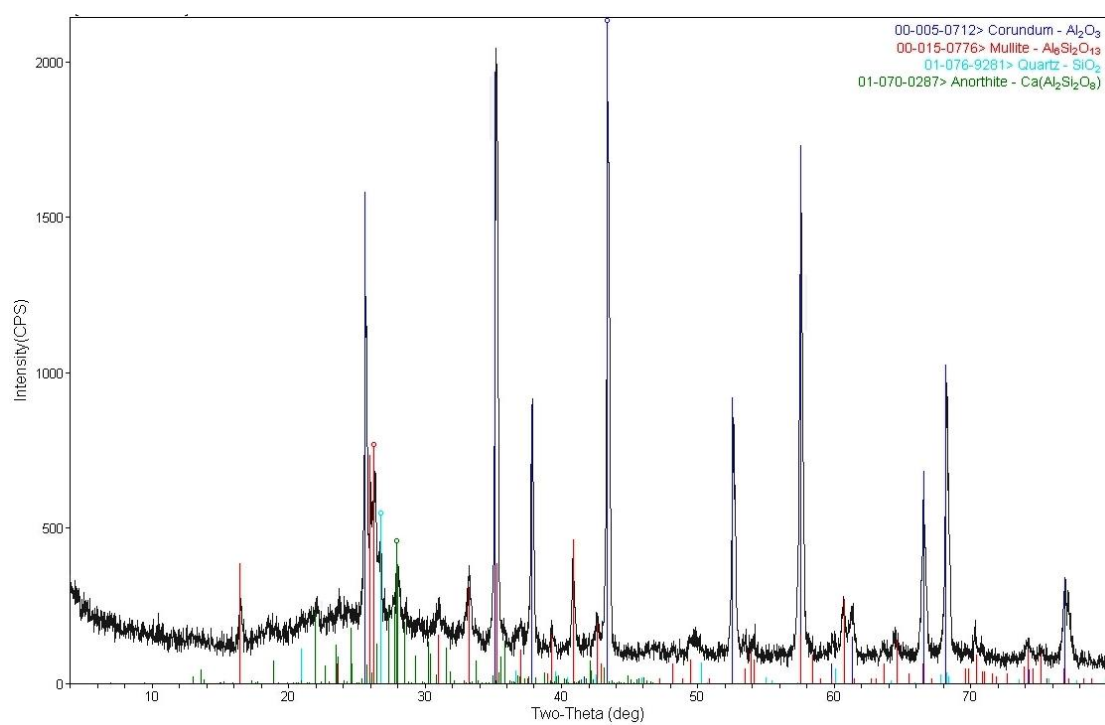


Figura 18 – Difratoograma das fases mineralógicas detetadas na pasta PB1.

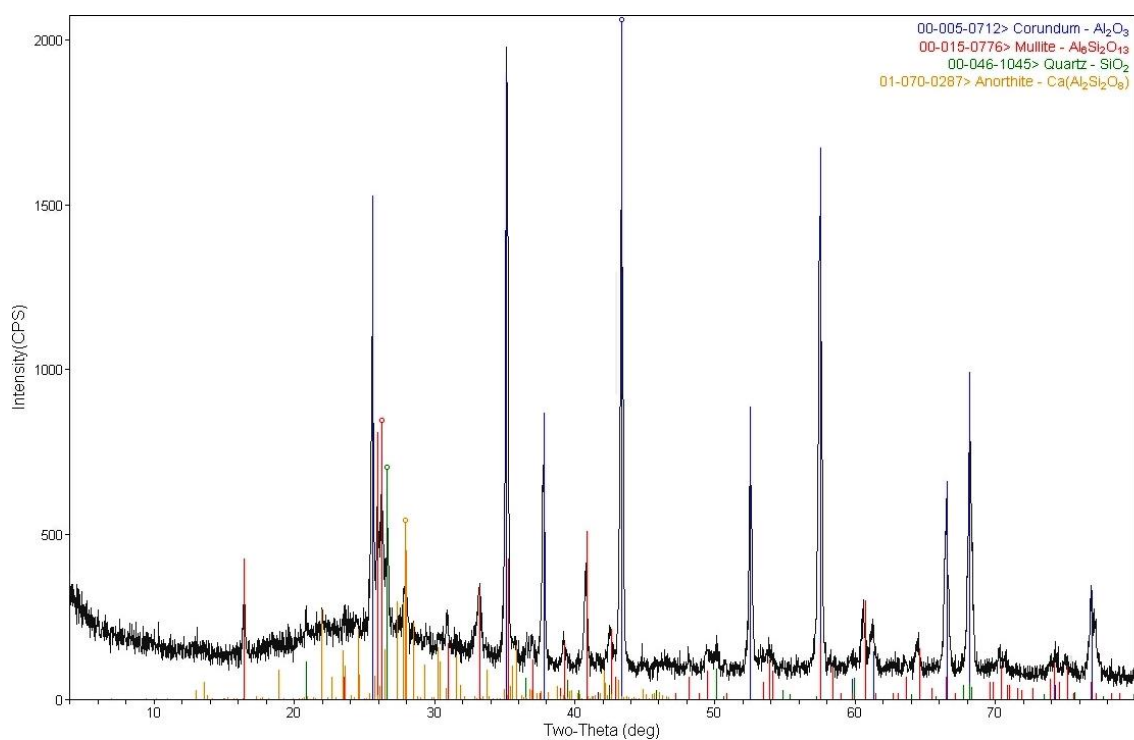


Figura 19 – Difratoograma das fases mineralógicas detetadas na pasta PB2.

Tabela 11 – Quantificação (obtida pelos difratogramas) das fases cristalinas presentes nas pastas PB1 e PB2 cozidas a 1225 °C (% ponderais).

%	Coríndon	Mulite	Anortite	Quartzo
PB1	53	14	29	4
PB2	52	17	29	3

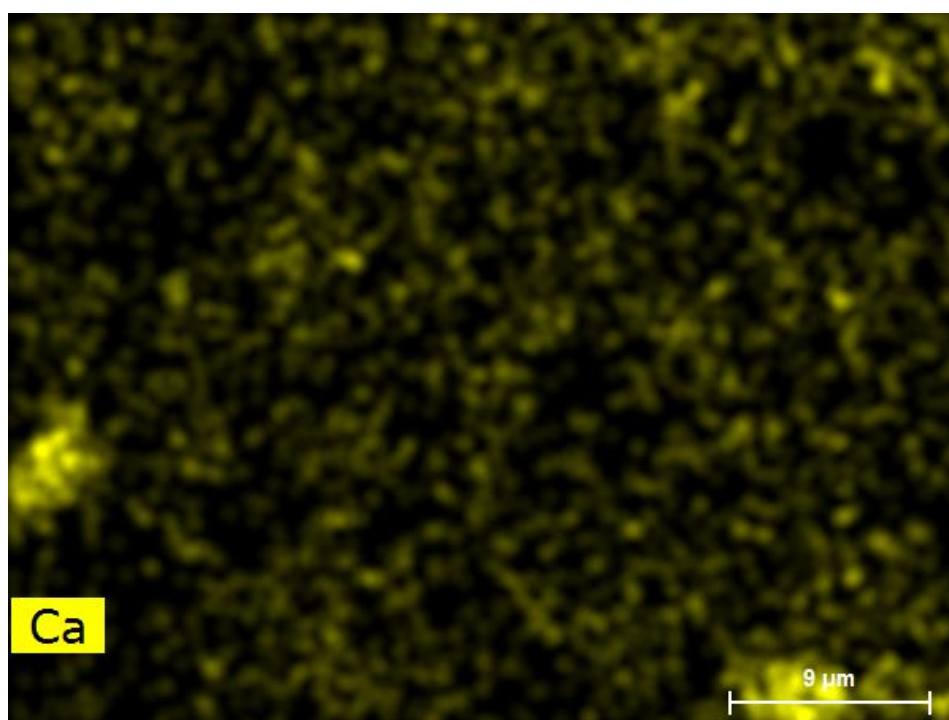


Figura 20 – Análise química por EDS da pasta PB1, com identificação do elemento Ca.

As Figuras 20 e 21 mostram a análise química por EDS feita às pastas PB1 e PB2, com identificação dos elementos Al e Si, o que permitiu fazer a distinção entre os grãos de coríndon e quartzo, respectivamente. Pela análise das figuras verifica-se que os grãos de coríndon se encontram bem dispersos pelas microestruturas e em quantidade idêntica nas duas pastas. Com uma grelha constituída por 243 pontos, sobreposta sobre as Figuras 20 e 21, fez-se a contagem dos pontos coincidentes com os grãos de coríndon e com os grãos de quartzo. Determinou-se assim, a quantidade relativa das duas fases nas microestruturas das duas porcelanas em estudo, apresentando-se os resultados na Tabela 12.

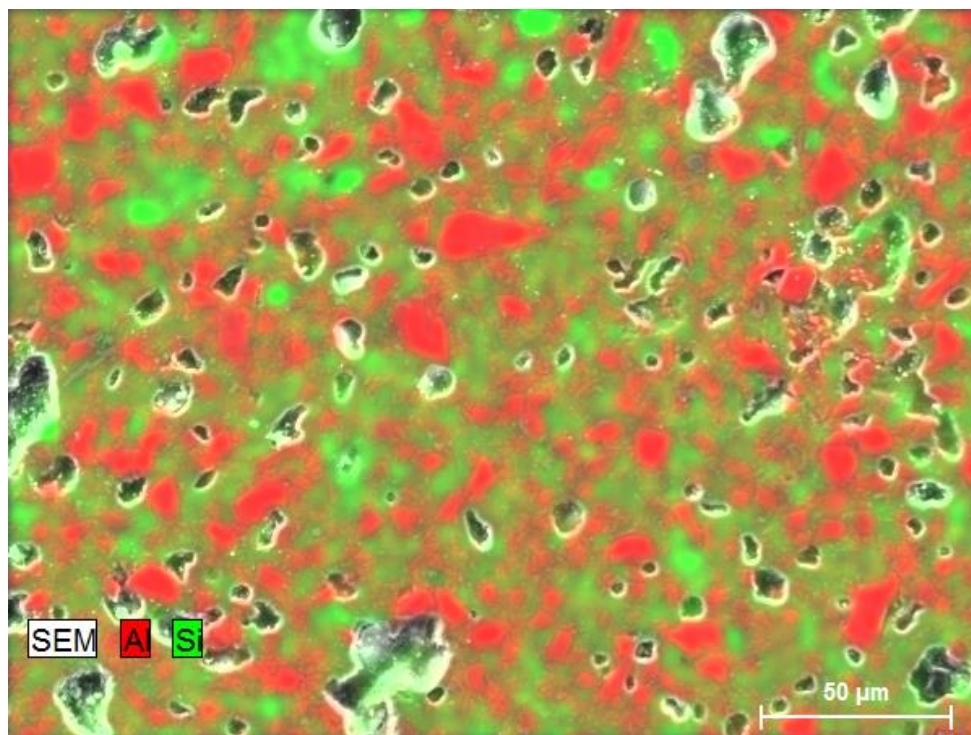


Figura 21 – Análise EDS da pasta PB1 com identificação dos elementos Al e Si.

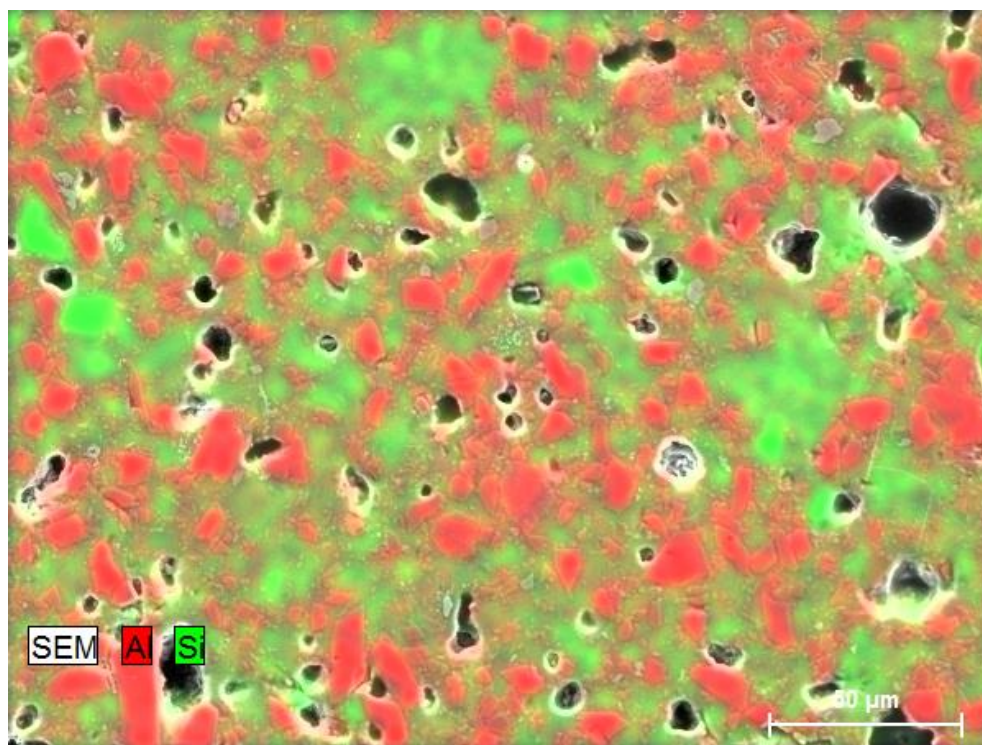


Figura 22 – Análise EDS da pasta PB2 com identificação dos elementos Al e Si.

Tabela 12 – Quantificação aproximada das fases coríndon e quartzo obtida com base na Figura 21 e na Figura 21 (análises EDS). Os valores estão em percentagens volumétricas.

	%	Coríndon	Quartzo	Restante
PB1	27	8	65	
PB2	27	5	69	

As quantidades relativas ponderais das fases cristalinas obtidas pela quantificação dos difratogramas (Tabela 11), juntamente com as quantidades relativas de coríndon e quartzo, calculadas a partir das microestruturas das pastas (Tabela 12), permitiram estabelecer um valor aproximado das quantidades de fases cristalinas e vítreas presentes nas pastas PB1 e PB2. A percentagem volumétrica de coríndon, 27% nas duas pastas, corresponde a uma percentagem ponderal de cerca de 37%. Usando-se as proporções entre a quantidade de coríndon e as quantidades das outras fases cristalinas presentes nas amostras, de quartzo, anortite e mulite (Tabela 11), calculou-se as quantidades relativas dessas fases. A quantidade de fase vítrea resultou, então, da diferença para 100% da soma das fases cristalinas presentes. Na Tabela 13 apresenta-se a composição das duas pastas, tendo em conta os cálculos descritos. Os resultados obtidos são valores bastante razoáveis e próximos dos mencionados na literatura ^[3], mas podem ter um certo desvio relativamente aos valores reais, sobretudo em relação à quantidade de anortite, como acima mencionado.

Tabela 13 – Percentagem ponderal aproximada das fases presentes nas pastas PB1 e PB2.

	%	Coríndon	Quartzo	Mulite	Anortite	Fase vítrea
PB1	37	3	10	21	30	
PB2	37	2	12	21	28	

Com base nos valores de densidade de cada uma das fases, apresentados na Tabela 14, calculou-se a densidade correspondente a cada uma das pastas usando as quantidades agora obtidas para as diversas fases (Tabela 13). No caso da pasta PB1, de forma a atingir o valor de densidade próximo

do experimental, 2,86, usou-se para a fase vítrea a densidade de 1,5. Do mesmo modo, na pasta PB2, para se obter também o valor próximo do experimental, 2,75, teve de ser usado para a densidade da fase vítrea um valor igual a 1.

Os valores das densidades das fases vítreas calculados deste modo são muito baixos, o que obriga a uma investigação mais adequada deste tema no futuro. Se se admitir que a quantidade de anortite é efetivamente mais baixa, por exemplo de 5 %, e que no conjunto a quantidade relativa de fase vítrea é maior (em conformidade com os valores da literatura) ^[10], permanecendo as outras fases nas quantidades apresentadas na Tabela 13 chega-se a valores para as densidades das fases vítreas de 1,9 e 1,6, para as pastas PB1 e PB2, respetivamente, que são valores muito mais razoáveis.

Tabela 14 – Valores de densidade das fases coríndon, mulite, anortite e quartzo, usados para os cálculos da densidade da pasta PB1 e PB2. Os valores foram retirados das fichas correspondentes a cada uma das fases.

	Coríndon	Mulite	Anortite	Quartzo
Densidade	3,97	3,16	2,74	2,64

A pasta PB2 apresenta uma resistência mecânica em cozido inferior à da pasta PB1. Pela Tabela 13 e pela observação das microestruturas não existem dados que permitam perceber qual a razão fundamental para que isto tenha acontecido. A densidade da fase vítrea, contudo, abre a possibilidade de se encontrar uma justificação. A densidade dos vidros varia com a taxa de arrefecimento, mas como podemos considerar que em ambos os casos (pasta PB1 e PB2) a taxa de arrefecimento é semelhante, temos de procurar outra razão para que as densidades sejam tão diferentes. Outra possibilidade é ter variado a composição química da fase vítrea. Olhando para a Tabela 9, vê-se que a pasta PB1 tem mais alumina que a pasta PB2 e pela Tabela 13 a quantidade final de coríndon nas duas pastas é a mesma. Pode ser, então, que haja maior dissolução de alumina na fase vítrea na pasta PB1 do que na pasta PB2, justificando a maior densidade calculada para este caso. Maior quantidade de alumina na fase vítrea favorece a resistência mecânica desta fase ^[13], que, por sua vez, justificaria a maior resistência mecânica da pasta PB1. Se bem que as diferenças de densidades calculadas para as fases vítreas pudessem justificar, deste modo, as diferenças das resistências mecânicas das pastas cozidas, é necessário continuar o estudo da cozedura destas pastas para se poder ter dados experimentais que apoiem esta hipótese

5. Conclusão

A realização deste estágio permitiu fazer uma ligação com o meio industrial, desenvolvendo-se competências nesta área. As atividades realizadas no laboratório da empresa permitiram a aquisição de conhecimentos relevantes para o processo produtivo, além do ganho de autonomia na prática laboratorial. As atividades de controlo realizadas no laboratório da empresa são de grande importância para o processo produtivo, pois permitem a deteção precoce de problemas nas matérias-primas e materiais envolvidos na produção bem como o desenvolvimento de novos produtos.

Dos vários ensaios realizados verificou-se que o índice de Pfefferkorn não deve ser utilizado como índice de plasticidade de matérias-primas ou pastas mas sim como valor indicativo da percentagem de humidade que deve ser usada para o processo de extrusão.

Relativamente ao desenvolvimento da pasta aluminosa C130 para o fabrico de isoladores, a incorporação de bauxite calcinada como fonte de coríndon mostrou ser eficaz na substituição da alumina pura, garantindo as propriedades estabelecidas pela norma IEC 60672-3.

Por comparação das duas pastas processadas, PB1 e PB2, verificou-se uma maior resistência mecânica em cozido na pasta PB1 do que na pasta PB2. Como as duas pastas apresentaram uma quantidade muito idêntica de coríndon após cozedura, a justificação para a maior resistência mecânica da pasta PB1 supõe-se ser devida a uma maior dissolução de coríndon na fase vítrea, aumentando a densidade e a resistência mecânica desta fase e contribuindo desta forma para uma maior resistência mecânica da porcelana.

Apesar da pasta PB1 ter maior resistência mecânica em cozido do que a pasta PB2, o seu arranque a nível industrial na Cerisol não é viável devido à baixa resistência mecânica em verde que a pasta apresenta, não permitindo um manuseio seguro dos isoladores durante as várias etapas do processamento. A pasta PB2, apesar de ter apresentado uma menor resistência mecânica em cozido do que a pasta PB1, garante o valor mínimo estipulado pela norma (140 MPa) e está dentro dos parâmetros de processamento da Cerisol, tendo-se conseguido um aumento da resistência mecânica em verde comparativamente à pasta PB1 e sendo viável a sua implementação industrial.

As duas pastas apresentaram um baixo coeficiente de dilatação térmica, sendo por isso necessário o desenvolvimento de um novo vidrado, com um coeficiente de dilatação térmica mais baixo que o da pasta, cerca de 15 pontos, de modo a conseguir-se atingir o efeito compressor da porcelana no vidrado e desta forma ter um aumento de cerca de 15% na resistência mecânica da porcelana.

Referências bibliográficas

- [1] Coordenação, Santos, José da cruz - Electro-Cerâmica 1919 - 2009. Vila Nova de Gaia: Norprint S.A, 2009. ISBN 978-989-96050-4-6
- [2] Edited by, Leonard L. Grigsby - Electric Power Engineering Handbook. 2nd edition. Taylor & Francis Group, 2006.
- [3] Liebermann, Johannes - High Voltage Insulators, Basics and trends for producers, users and students. Germany: H. O. Schulze KG, 2012. ISBN 978-3-87735-208-3
- [4] Buchanan, Relva C. - Ceramic Materials for Electronics - Processing, Properties and Applications. 2nd edition. New York: Marcel Dekker Inc., 1991. ISBN 0-8247-8194-5
- [5] Chinelatto, A. L.; Souza, D. P. F. de - Porcelanas elétricas aluminosas: Parte I - Revisão da literatura. Cerâmica 50. (2004).
- [6] Carty, W. M.; Senapati, U. Porcelain - Raw materials, processing, phase evolution, and mechanical behavior. Journal of the American Ceramic Society. Vol. 81. n.º 1 (1998). pp. 3-20.
- [7] Meng, Yong; Gong, Guohong; Wu, Zhengping; Yin, Zhongju; Xie, Yumin; Liu, Shirong - Fabrication and microstructure investigation of ultra-high-strength porcelain insulator. Journal of the European Ceramic Society. Vol. 32. n.º 12 (2012). pp. 3043-3049. 0955-2219
- [8] Liebermann, Johannes - Strength-stressed high-voltage insulators. American Ceramic Society bulletin. Vol. 82. (2003).
- [9] Brosnan, Denis A.; Robinson, Gilbert C. - Introduction to drying of ceramics. The American Ceramic Society, 2003. ISBN 1-57498-046-7
- [10] Liebermann, Johannes - Bauxite Porcelain. *American Ceramic Society bulletin*. Vol. 81, No.2. (2002).
- [11] Liebermann, Johannes - Method for producing porcelain, porcelain and ceramic insulator formed from porcelain. Germany: Siemens Aktiengesellschaft, 2002. US 6475941 B1
- [12] Malkawi, A.I.H. ; Alawneh, A.S. ; Abu-Safaqah, O.T. – Effects of organic matter on the physical and the physicochemical properties of an illitic soil. Applied Clay Science 14 (1999), pág 257-278.

[13] E. Bou; J. García-Ten; R. Pérez; S. Arrufat; G. Atichian - Influence of alumina characteristics on glaze properties. Boletín de la sociedad española de cerámica y vidrio. Vol. 49. (2010). pág 271 - 278.

